République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université M'hamed BOUGARA, Boumerdes
Faculté des Sciences de l'Ingénieur

Ecole Doctorale en Energétique et Développement Durable





Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de Magister

OPTION

Management **D**es **P**rojets

Mise au point d'un dispositif d'alimentation et Synthèse d'émulsions dans un microsystème

Présenté par : **Soumia NEDJAR**

Soutenu le : juin 2011

Examinateurs :

Jacques COMITI	**Professeur émérite**	**Univ-Nantes / France**	**Président**
Mohand TAZEROUT	**Professeur**	**EMNantes/ France**	**Examinateur**
Mourad BALISTROU	**Maître de Conférences/A**	**UMBB/ Boumerdes**	**Examinateur**
Agnès MONTILLET	**Maître de Conférences**	**Univ-Nantes/ France**	**Directeur de mémoire**
Lhadi NOURI	**Professeur**	**UMBB/ Boumerdes**	**Co- Directeur**

Année Universitaire 2010/20011

Remerciements ;

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au Laboratoire des Génie des Procédés, Environnement, et Agroalimentaire de l'Université de Nantes.

Au terme de ce travail, je tiens à remercier:

MME. Agnès Montillet, *Maître de Conférences* ***à l'université de Nantes, pour son encadrement, sa patience et son enthousiasme.***

M. Mohand TAZEROUT, responsable de la formation énergétique et développement durable au sein de *l'école des mines de Nantes****, ainsi que tout mes enseignants.***

Je dédie ce travail à ma famille et celui que j'aime.

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Nomenclature :

ΔP : perte de charge [Pa]
Ca : nombre capillaire [$Ca = \mu\ v/\sigma$]
C_f : Coefficient de friction pour les canaux droits,
d_h diamètre hydraulique. [m]
h hauteur de microcanal [m]
L : longueur du tube [m]
Re : Nombre de Reynolds [$Re = \rho VDh/\mu$]

W : largeur du canal [m]
We : nombre de Weber [$We = \rho v^2 d_h/\sigma$]
V : vitesse [m/s]
ξ : Coefficient de perte de charge
ρ : densité [kg/m3]
σ : tension interfaciale [N/m]
μ : viscosité [Pa.s]
Ø : fraction d'eau

Introduction générale

La microfluidisation est la science qui manipule des petites quantités des fluides (10^{-9} à 10^{-18} litres), en utilisant des canaux de quelques dizaines à mille micromètres.

La technologie des microsystèmes est appliquée dans les domaines des analyses, de la chimie organique et inorganique, des sciences des matériaux, de la médecine, l'optique, le secteur pharmaceutique et la biologie. L'une des sous catégories de la microfluidisation est la génération et la manipulation des gouttes dans les dispositifs microfluidiques. Les microsystèmes sont utilisés pour étudier la cristallisation des protéines, la cinétique des réactions enzymatiques, l'analyse de l'ADN et du sang, des synthèses des matières inorganiques et la cytométrie de flux (la cytométrie de flux est une technique permettant de faire défiler des particules, molécules ou cellules à grande vitesse dans le faisceau d'un laser, afin de les compter et de les caractériser. C'est la lumière réémise (par diffusion ou par fluorescence) qui permet de classer la population suivant plusieurs critères et de les trier) (Zhiong Nie, 2008).

Dans ce travail on va exploiter certains avantages des microsystèmes pour la production des gouttes et des émulsions. L'objectif de l'étude est de synthétiser des émulsions de l'eau dans des biocarburants lourds de viscosité élevée et avec une fraction de la phase dispersée de 5 à 15%. Cette quantité d'eau émulsifiée permet de mieux bruler le biocarburant et de diminuer ses émissions de gaz nocifs, notamment les NO_x.

Généralement, les microsystèmes travaillent avec des petits débits, de l'ordre du µl/min ou moins. Dans ce travail on souhaite travailler avec des débits plus élevés, de l'ordre de 100ml/min. Mais comme la circulation des fluides dans les microsystèmes génère des pressions élevées, un calcul de perte de charge doit être effectué préalablement.

Ainsi la première partie de ce travail est consacrée à la fabrication d'émulsion dans des microsystèmes. Cette première partie comporte une partie bibliographique où l'on caractérise les émulsions et où l'on passe en revue les moyens de les produire. Un point est effectué sur les lois qui gèrent un écoulement diphasique ainsi que sur les techniques d'émulsification microfluidiques. Le rapport relate ensuite notre travail expérimental portant sur la faisabilité de génération d'émulsions d'eau dans l'huile dans les mini et les microcanaux. Cette investigation porte sur l'effet des conditions opératoires sur la taille de gouttes, telles que la fraction de la phase dispersée, le débit de la phase continue, le rapport des deux débits des deux phases, la concentration du surfactif et la section des microcanaux.

Une deuxième partie du rapport porte sur la mise au point et le test d'un système permettant de faire circuler des fluides sous pression dans les microsystèmes. L'objectif de ce travail est d'affranchir de l'utilisation de pompes. Un des avantages attendus serait une plus faible variation du débit.

Ce stage est effectué dans le laboratoire GEPEA UMR CNRS 6144, dans l'axe Energie, sous la direction de madame Agnès MONTILLET.

Le laboratoire de Génie des procédés – environnement – agro-alimentaire (GEPEA) a été créé en 2000. Il réunit les équipes de Génie des procédés de l'Université de Nantes, de l'Ecole des Mines de Nantes et de l'ONIRIS (Nantes). Le laboratoire GEPEA est associé au CNRS depuis le 1er janvier 2002 (UMR CNRS 6144). L'objectif est de développer le Génie des procédés dans les domaines de l'agro-alimentaire, de l'environnement et de la valorisation des bioressources marines.

L'UMR est organisée autour de quatre axes de recherche :

- **Axe 1 : Bioprocédés et Séparation en Milieu Marin**
- **Axe 2 : Ingénierie de l'Energie**
- **Axe 3 : Ingénierie de l'Environnement**
- **Axe 4 : Matrices et aliments (MAPS)**

L'axe ingénierie de l'énergie a trait à l'**optimisation des systèmes énergétiques (systèmes moteurs et procédés) en interaction avec leur environnement**, tant sur le plan de la maîtrise de la consommation que de celle des effluents. Il vise à intégrer les aspects importants de la production, de la consommation et de la gestion de l'énergie. La production d'énergie propre suppose la mise au point de systèmes nouveaux ou l'amélioration/optimisation du fonctionnement de ceux déjà existants. En particulier, la **valorisation des déchets** permet d'associer la protection de l'environnement et la production d'énergie. La seconde thématique abordée dans cet axe est l'étude, la modélisation et l'optimisation des **systèmes énergétiques multi-énergies et multi-usages sous contraintes**, impliquant notamment une interaction forte entre offre et demande. Le système énergétique fait ici référence à un ensemble complet intégrant production, transport/distribution, stockage et utilisation de l'énergie.

1ère partie : fabrication d'émulsion :

Chapitre I : Introduction :

I. les émulsions et les techniques conventionnelles de production

I. 1. Émulsion

Avant de décrire les techniques d'émulsification dans les microsystèmes, il est important de comprendre le concept d'une émulsion simple, comment elle est produite, et les paramètres qui influent sur sa stabilité.

Une émulsion est un système hétérogène, se compose d'au moins un liquide immiscible dispersé intimement dans un autre sous forme des gouttes dont le diamètre dépasse généralement 0,1µm. Ce système a une stabilité minimale qui peut être améliorée par l'ajout des tensions actifs (Frank Jesse Zendejas, 2007).

Il existe deux types d'émulsions, huile dans l'eau et eau dans l'huile. Les gouttes formées dans une émulsion correspondent à la phase dispersée, et le liquide les entourant est la phase continue.

La taille de goutte dans une émulsion peut varier de plus de 1µm à moins de 50nm, l'aspect d'une émulsion peut être utilisé pour approximer la taille des gouttes d'après le tableau 01

***Tableau 01** : taille de gouttes et l'aspect général de l'émulsion (Frank Jesse Zendejas, 2007)*

Taille de goutte	**Aspect**
>1,0 µm	Laiteux
0,1 - 1,0µm	Blue – blanc (effet de Tyndal)
0,05 – 0,1 µm	Gris (Semi - transparent)
<0,05µm	Transparent

Les émulsions sont thermodynamiquement instables (1 – 10µm) et la coalescence des gouttes est un procédés naturel. La séparation des deux phases peut être dû au phénomènes suivants :

1) Sédimentation et Crémage :

   La sédimentation de la phase dispersée, dans le cas d'une émulsion de l'eau dans l'huile, ou le crémage d'une émulsion huile- dans- eau, résulte de la différence des densités des deux phases et de la pesanteur terrestre.

2) Floculation :

   La floculation est un phénomène réversible qui a pour origine une adhésivité des gouttes, résultat d'une compétition entre l'agitation thermique et les forces de Van der Waal Ce phénomène consiste en un rapprochement des gouttes qui,

initialement éloignées les unes les autres, viennent s'agréger. L'analyse thermodynamique de la floculation passe par l'étude de la variation de l'enthalpie libre d'interaction entre les gouttes en fonction de leur distance. Si l'additivité des énergies d'interactions binaires (attraction de Van der Waal et répulsion électrostatique) est supposée, il suffit d'interpréter les variations d'enthalpie libre d'interaction entre deux gouttes. Ainsi, à très courte distance, le potentiel d'interaction augmente rapidement et devient positif. Cette condition incite un déplacement des gouttes vers une position thermodynamiquement stable (Jean Poré).

3) Coagulation :

   Lorsque le potentiel d'interaction dans un système devient assez important pour dépasser la barrière énergétique, les gouttes forment des agrégats, où les distances internes sont de l'ordre de dimensions atomiques. Cependant, la coagulation dans une émulsion peu concentrée, est basée sur deux processus fondamentaux : le rapprochement de particules et l'éventuel contact et adhésion entre elles.

4) Coalescence :

   La coalescence est un processus irréversible qui résulte de la fusion de plusieurs gouttes pour n'en former qu'une, réduisant ainsi l'aire interfaciale entre les deux phases. Deux étapes peuvent être mises en avant au cours de ce mécanisme : l'amincissement du film interfacial et sa rupture. Les gouttes lors de leur rapprochement, se déforment et créent une zone aplatie, le film liquide de phase continue qui sépare les gouttes freinant ce phénomène. La différence de rayon de courbure entre la partie centrale (courbure quasi nulle) et les deux extrémités de zone (courbure normale de gouttes) induit une pression capillaire qui favorise le drainage de la phase continue vers l'extérieur.

   Dans la zone de rapprochement, les films interfaciaux ne sont pas nécessairement plans (Galindo Alvarez, 2008).

5) Mûrissement d'Ostwald

   Le murissement d'Ostwald ou la diffusion moléculaire est un processus irréversible qui résulte de la différence de potentiel chimique, et donc de solubilité, des molécules de la phase dispersé entre les petites gouttes de l'émulsion et les grandes. Cela se traduit par un transfert de matière, au sein de la phase continue, les plus petites gouttes vers les plus grandes, sans qu'aucun contact inter gouttelettes ne soit nécessaire.

Il est nécessaire d'ajouter des surfactifs dans l'émulsion pour éviter la coalescence par réduction de la tension interfaciale entre les liquides et la répulsion électrostatique entre les gouttes.

Un surfactif est un tensio-actif, il a une tendance à diminuer l'énergie libre interfaciale de la phase limite (frontière) par adsorption rapide autour de la goutte dispersée.

Les propriétés des tensio-actifs étant déterminées par leur structure, le caractère fondamental de ces produits est l'amphiphilie, c à d, la présence dans la molécule de deux groupements ayant des caractères de solubilité totalement différents :

- Un groupement soluble dans l'huile, dit lipophile.
- Un groupement soluble dans l'eau dit hydrophile.

Aux interfaces liquide-liquide, chaque groupement se dirige vers le liquide pour lequel il a le plus d'affinité (Nadine Pierat, 2011).

Lorsque le tensioactif est en concentration suffisante, les molécules de tensioactif en excès s'autoassocient en solution sous forme d'agrégats appelés micelles. La concentration à partir de laquelle un composé tensioactif s'autoassocie sous forme de micelles en solution aqueuse est appelée concentration micellaire critique (CMC). La valeur de la CMC est une caractéristique du tensioactif et dépend de la longueur de la chaîne lipophile et de la nature de la tête polaire. Par exemple les CMC des tensioactifs non ioniques sont plus basses que celles des tensioactifs ioniques de longueur de chaîne comparable. Mais la CMC dépend également de l'environnement physico-chimique : concentration en électrolytes ou température.

La capacité du tensioactif à diminuer la tension interfaciale entre les deux phases à émulsionner constitue un critère de choix du tensioactif. En règle générale, le tensioactif doit présenter une bonne affinité pour la phase continue : l'obtention d'une émulsion de type huile dans eau (H/E) nécessite un tensioactif à caractère plutôt hydrophile et inversement une émulsion de type eau dans l'huile (E/H) fera appel à un tensioactif à caractère lipophile.

Pour préciser la nature plutôt hydrophile ou lipophile d'un tensioactif, on utilise des concepts de formulation comme la balance hydrophile/lipophile (HLB) ou la différence hydrophile/lipophile (HLD) (Galindo Alvarez, 2008, Jean Poré, Nadine Pierrat, 2010).

<u>Méthode HLB (Hydrophilic/Lipophilic Balance) :</u>

Pour formuler des émulsions stables, la méthode HLB (ou méthode de Griffin) est très utilisée. La méthode HLB est basée sur la classification des tensioactifs par hydrophilie

croissante et sur l'utilisation de règles simples de calcul des propriétés des mélanges de tensioactifs.

La zone interfaciale est le lieu d'interactions moléculaires dont les deux plus importantes sont :

- l'interaction pôle lipophile-phase grasse ECO,
- l'interaction pôle hydrophile-phase polaire ECW.

La méthode HLB simplifie ces interactions et ne s'intéresse qu'à la contribution du tensioactif, c'est-à-dire ne prend en compte que l'importance relative du pôle hydrophile et du pôle hydrophobe le constituant (Brochette, 1999). La méthode HLB est donc basée sur cette compensation entre hydrophilie et lipophilie et associe à chaque tensioactif le rapport :

$$\frac{masse\ de\ pole\ hydrophile}{masse\ totale}$$

Une échelle de valeurs de HLB de 0 à 20 a ainsi été définie. Dans le cas d'émulsions de type eau dans l'huile, on utilise des tensioactifs de faible HLB (HLB < 7). Pour des émulsions de type huile dans l'eau, on choisit des tensioactifs de plus forte HLB (HLB ≥ 8).

Pour augmenter l'intérêt pratique du HLB, une seconde notion est introduite pour décrire la nature de la phase huileuse : le HLB requis. Le HLB requis est le HLB du tensioactif qui permet d'obtenir l'émulsion la plus stable pour un système donné. Pour estimer le HLB requis, on prépare plusieurs systèmes basés sur les mêmes phases aqueuse et huileuse mais intégrant différents tensioactifs. On réalise un balayage de HLB, et le HLB requis correspond à la stabilité maximale (Salager, 2000a).

La méthode HLB souffre de lacunes importantes. En attribuant une valeur unique à chaque tensioactif, on néglige l'effet des autres constituants de la formulation sur les interactions dans la zone interfaciale (salinité de la phase aqueuse ou présence d'alcool), et l'on ne prend absolument pas en compte l'effet de la température. Cette méthode est destinée à optimiser la stabilité de l'émulsion et ne travaille pas sur l'émulsification. Des méthodes complémentaires relatives au procédé d'émulsification peuvent être utilisées en plus de la méthode HLB pour encore améliorer la stabilité de l'émulsion (Nadine Pierrat, 2010).

I. 2. Les méthodes conventionnelles de synthèse des émulsions

I. 2. 1. Les méthodes mécaniques

Des émulsions fines peuvent être produites par des procédés mécaniques différents comme le montre la figure 1.

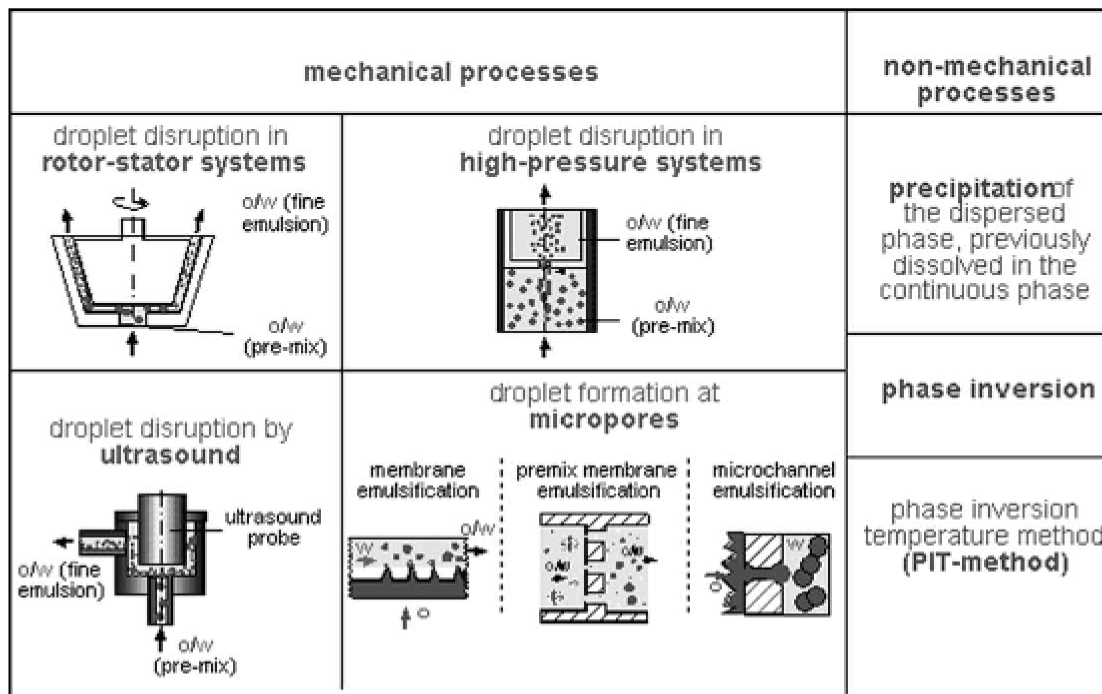


Figure 1 : différentes méthodes de production des émulsions (H. SCHUBER et R. ENGEL 2004)

I. 2. 1. 1. Système rotor-stator

Des systèmes rotor-stator sont largement utilisés, ils sont capables de produire des émulsions à la fois en processus continu (moulin colloïdaux avec rotor lisse ou denté et stator) et discontinu (agitateur, disperseur à engrenages). Le liquide est introduit dans le moulin colloïdal sous la forme d'une émulsion grossière, ou en tant que phases distinctes, et s'écoule à travers un espace étroit entre un disque rotatif (rotor) et un disque statique (stator) avec deux ou plusieurs lames. Comme le rotor tourne, il génère une dépression qui aspire les liquides, et ce qui conduit à la circulation et l'émulsification (Sied Mahd Jafarai, 2008)

L'une des deux grandes forces qui peuvent réduire la taille de goutte est l'impact mécanique contre la paroi en raison d'une forte accélération du fluide. La seconde force est la contrainte de cisaillement dans l'espace entre le rotor et le stator, qui est générée par la rotation rapide du rotor (H. schuber et R. engel 2004). L'intensité de la contrainte de cisaillement peut être modifiée en faisant varier l'épaisseur de cet espace (environ 50-1000µm), la vitesse de rotation (environ1000-25000 tr/min), ou en utilisant des disques qui ont des surfaces dentées. Évidemment, l'intensité d'émulsification (puissance) et le temps de séjour que les gouttelettes d'émulsion prennent dans le champ de cisaillement sont les paramètres principaux permettant de contrôler la taille de goutte. Les autres paramètres sont la viscosité des phases de l'émulsion, la nature du tensioactif, le design du rotor/stator, et le rapport volumique des deux phases (Sied Mahd Jafarai, 2007).

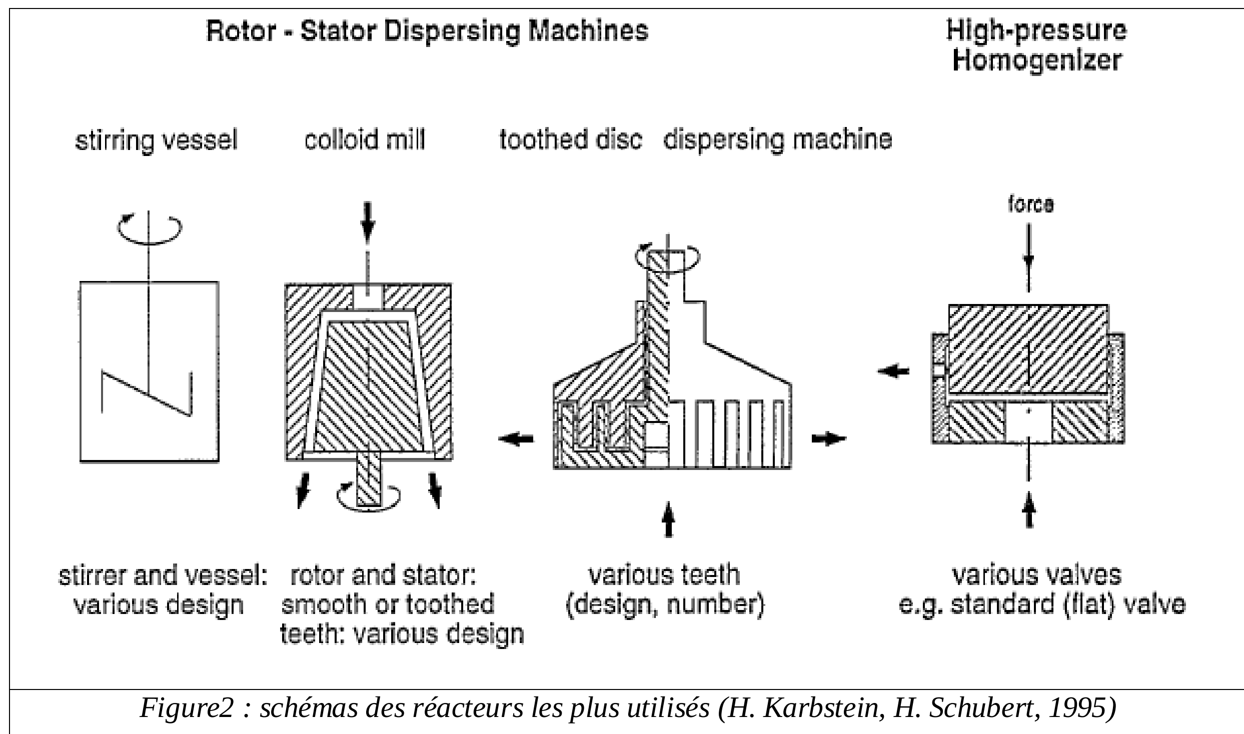


Figure2 : schémas des réacteurs les plus utilisés (H. Karbstein, H. Schubert, 1995)

I. 2. 1. 2. Système à haute pression

Les systèmes à haute pression, souvent dénommé homogénéisateurs à haute pression, sont utilisés pour produire en continu des émulsions finement dispersées. Une différence de pression essentielle est appliquée pour la rupture des gouttelettes (H. Schuber et R. Engel 2004). Ils peuvent être subdivisés en diffuseurs radiaux (standard nozzle), disperseurs à jet, microfluidiseurs, et vannes à orifice (Sied Mahd Jafarai, 2008).

Les valves d'homogénéisation ("standard nozzles") sont les systèmes à haute pression les plus couramment utilisés en production industrielle. Ils sont plus efficaces pour réduire la taille de goutte d'une émulsion grossière que pour créer directement une émulsion. L'émulsion brute est pompée à travers une entrée d'alésage central, détournée à 90° et puis passe à travers l'espace radial entre le siège de soupape et clapet. Quand l'émulsion grossière passe à travers la vanne, une combinaison entre la force de cisaillement, la cavitation et des conditions de turbulence résultent en ce que les grandes gouttelettes se décomposent en plus petites. La pression d'homogénéisation est typiquement comprise entre 5 et 50 MPa.

Dans le disperseur à jet, deux ou plusieurs jets d'émulsion brute entrent en collision à travers des alésages opposés, mais avec une conception différente de celle du microfluidiseur. Les diamètres des alésages de disperseurs jet sont généralement compris entre 0,3 à 0,5 mm.

La plaque à orifice a la géométrie de conception la plus simple dans la famille des homogénéisateur à haute pression. Le diamètre d'alésage est du même ordre de grandeur que pour la dispersion du jet et le diamètre de l'orifice de tête d'entrée de la plaque est typiquement compris entre 10 et 60mm.

Contrairement aux diffuseurs radiaux, le disperseurs à jet, et les plaques à orifice ne contiennent pas de pièces mobiles, ce qui permet leur utilisation à des pressions très élevées, jusqu'à 300-400 MPa. (Seid Ahmed Jafarai, 2008).

I. 2. 1. 3. Système ultrasonique

Des émulsions finement dispersées peuvent également être produise par ultrasons. Jusqu'à présent, cette méthode a principalement été employée dans les laboratoires (H. Schuber et R. Engel 2004). L'apport d'énergie est fournis par sonde ultrasonique contenant un cristal de quartz piézoélectrique qui peut s'étendre et se contractent en réponse à une tension électrique alternative. Comme l'extrémité de la sonde ultrasonique est en contact avec le liquide, il génère des vibrations mécaniques et, par conséquent cavitation se produit. La cavitation consiste en la formation et l'effondrement des cavités de vapeur dans un liquide en écoulement. Une telle cavité de vapeur se forme lorsque la pression locale est réduite à celle de la vapeur à la température du liquide circulant, et ce en raison de changements de vitesse locale. L'effondrement de ces cavités cause des ondes de choc puissantes qui rayonnent sur le fluide à proximité de la face rayonnante, rompant ainsi les gouttelettes dispersées. (Yuh-Fun Maa et coll, 1998).

Dans la gamme des ondes ultrasoniques, la puissance disponible varie de manière inversement proportionnelle à la fréquence et seule l'onde des ultrasons élevées (16 à 100 kHz) est capable de produire des changements physiques et chimiques tels que l'émulsification. L'onde ultrasonore peut être générée soit mécaniquement (sifflet, sirène) soit électriquement (effet piézo-électrique réversible ou transducteurs magnétostrictives), qui est le type le plus largement utilisé des appareils. Il s'agit d'un champ électrique oscillant à haute fréquence qui est converti en vibrations mécaniques de la même fréquence en utilisant un matériau piézo-électrique tel que le quartz. (Seid Ahmed Jafarai, 2008).

En émulsification en batch, l'onde ultrasonore est émise par des transducteurs fixés sur le mur extérieur de la cuve ou par des sonotrodes cylindriques immergées dans le liquide. En fonctionnement continu, le fluide circulant peut entrer et sortir d'un petit réacteur équipé

d'une sonde, sinon, un ou plusieurs transducteurs sont situés à l'intérieur du tube de montage. L'ultrason peut être utilisé directement pour produire des émulsions à partir de deux phases séparées. Mais depuis la rupture d'une interface nécessite une grande quantité d'énergie, il est préférable de préparer d'abord une émulsion grossière avant d'appliquer la puissance acoustique En raison du faible débit possible d'émulsion, le procédé d'émulsification par ultrasons est principalement appliquée dans les laboratoires où la taille de goutte aussi faibles que 0,2 µm peut être obtenue (Sied Ahmed Jafarai, 2008).

I. 2. 2. Les méthodes chimiques

Outre les procédés mécaniques, il existe plusieurs procédés non mécaniques applicables afin de produire des émulsifiants spécifiques. Un d'entre eux est basé sur la précipitation de la phase dispersée préalablement dissoute dans la phase externe. Les changements dans le comportement de phase des substances à émulsionner provoqués par la variation de la température ou la composition, ou par la contrainte mécanique sont utilisés pour atteindre le système dispersé souhaité (Sied Ahmed Jafarai, 2008).

L'inversion de phase d'une émulsion ou de dispersion est un phénomène dynamique dans lequel la phase continue se transforme en phase dispersée et vice versa. Il existe deux types d'inversion de phase : l'inversion de phase transitionnelle et inversion de phase catastrophique (IPC) (F. Jahanzad et coll, 2009).

L'inversion de phase transitionnelle se produit quand l'affinité du tensioactif (s) est changée soit par changement de la température soit par modification de la composition du mélange de tensioactifs à une température constante. L'affinité d'un tensio-actif vers une phase est classiquement mesurée par son équilibre hydrophile-lipophile (méthode HLB décrite précédemment). (F. Jahanzad et coll, 2009)

L'inversion de phase catastrophique commence généralement avec des émulsions anormales; émulsions, dans lesquelles le surfactif a plus d'affinité envers la phase dispersée. Les émulsions anormales n'obéissent pas à la règle de Bancroft et sont extrêmement instables. Une agitation vigoureuse est nécessaire pour maintenir la stabilité dynamique des émulsions anormales. Pendant le processus de l'IPC, l'instabilité d'une émulsion anormale augmente continuellement jusqu'à ce qu'elle s'inverse pour une émulsion normale d'une morphologie opposée. L'IPC est déclenchée par l'augmentation du taux de coalescence des gouttes. Ceci est généralement provoqué par l'augmentation de la fraction volumique de la phase dispersée, soit par addition continue de la phase dispersée, ou même par une agitation continue de

l'émulsion. Inversion de phase catastrophique produit généralement des émulsions plus fines que la méthode d'émulsification directe. IPC est la méthode d’émulsification la plus privilégiée pour la production des dispersions aqueuses. (F. Jahanzad et coll, 2009)

Tableau 2 : Comparaison entre les différentes techniques d'émulsification (Seid Ahmed jafari, 2007)

Technique	Système Rotor-stator	Système à pression élevée	Système ultrasonique	Système membranaire
Exemple	Mélangeur, agitateur,colloid mills (Silverson, ultra-Turrax)	Diffuseur radial, vanne homogénéisateur, disperser à jet, microfluidiseur	Sonotrodes (sondes de sonication)	Membranes à verre/ céramique
Mécanisme de distribution de tailles	Contrainte de cisaillement dans l'écoulement laminaire et/ou contraintes de cisaillement et interfaciale dans l'écoulement turbulent	Contraintes de cisaillement et interfaciale dans l'écoulement turbulent, cavitation dans l'écoulement laminaire d'extension.	Cavitation dans des écoulements micro-turbulents.	Flux de la phase dispersée
Débit	De moyen à élevé	élevé	Faible	Faible
Batch/continu	Batch (malangeur) ou continue (colloid mill)	continu	Batch ou quasi-continu	Continu
Taille de goutte minimale (µm)	1	1	1-2	2-3
Gamme de viscosité optimale	Faible à élevée (20-200 mPas)	Faible à moyenne (1 – 200mPas)	Faible à moyenne	Faible à moyenne
Application	Lab / industrie	Lab /industrie	Lab	Lab
Régime d'écoulement dominant	LV, LT	TI, TV (CI, LV)	CI	Injection
Densité d'énergie	Faible - élevée	Moyenne - élevée	Moyenne –élevée	Faible – moyenne
Changement d'apport d'énergie	Vitesse de rotation, temps d'exposition, distance, design de disque	Pression, recirculation, temps d'exposition, design des canaux	Intensité et fréquence des ondes de sonication ultrasoniques	Diamètre des pores
Temps de résidence dans la zone de dispersion t	0,1< t < 1s	1 < t < 3 ms	-	-
Taux d'adsorption requis d'émulsifiant	Faible à élevé	Elevé au très élevé	Moyen à élevé	Moyen à élevé

II. Les effets de l'émulsification de l'eau dans le biodiesel

Le biodiesel est un carburant alternatif possédant des propriétés attractives, il a une excellente biodégradabilité et lubricité, il n'émit ni oxyde de soufre, hydrocarbures poly aromatiques, ni hydrocarbures poly aromatiques nitratés [Cherng-Yuan Lin, 2006]. Le biodiesel généralement contient environ 10% d'oxygène, cette teneur en oxygène améliore sa combustion, en réduisant les cendres et l'émission de monoxyde de carbone (CO), mais en même temps la formation des NOx augmente 10 fois plus par rapport au pétro-diesel à une température de combustion environnante élevée [Cherng-Yuan Lin, 2006]. L'incorporation de l'eau dans le biodiesel sous forme d'une émulsion est une des techniques utilisées pour réduire les émissions de NOx et les cendres [M Senthil Kumar, 2009].

La formation des cendres et des résidus carbonés est due à une combustion incomplète à cause d'un mauvais contact entre le fuel et l'air ou d'un déficit d'oxygène. Quand la température de fuel atteint ou dépasse la température d'évaporation de l'eau, les gouttes d'eau s'évaporent brutalement (50 à70% de l'eau dans l'émulsion se transforme en vapeur instantanément (Hirostatsu, 2009) en pulvérisant le fuel fractionné en fines gouttelettes ; phénomène que l'on appelle micro-explosion ou deuxième atomisation de fuel. Cette micro-explosion augmente la surface de contact entre le fuel et l'air et améliore la combustion, ainsi l'eau peut être considérée comme source d'oxygène [Cherng-Yuan Lin, 2006] et [M Senthil Kumar, 2009].

Les NOx se forment à des températures élevées dans la chambre de combustion. La transformation des gouttes d'eau de l'état liquide vers l'état vapeur consomme une quantité de chaleur ce qu'on appelle la chaleur latente, ce que diminue la température et réduit les émissions de NOx.

Selon M Senthil (2009), la fraction volumique optimale de l'eau dans l'émulsion est de 30% [M Senthil Kumar, 2009]. Croukes (1997) a démontré qu'il y a une grande diminution des cendres et des suies à 5% d'eau, et qu'une quantité supérieure d'eau plus ne procure qu'une faible réduction supplémentaire des cendres.

Kerihuel a annoncé que les fractions typiques d'eau doivent être comprises entre 10% et 20% afin de ne pas trop diminuer le pouvoir calorifique de biofioul [A Kerihuel, 2006].

La réduction des NOx dépend beaucoup de la quantité d'eau émulsifiée, et une fraction supérieure à 15% est nécessaire pour avoir un effet significatif (35% de réduction de NOx) (Anna Lif 2006).

Dans une autre étude, la fraction d'eau utilisée est 40% [Anna Lif, 2006]

Avant d'entamer la description des techniques d'émulsification dans les microsystèmes, on éclaircit ici les terminologies utilisées pour décrire la qualité des émulsions :

- **Une émulsion monodispersée** possède une distribution de taille de gouttes étroite.
- **Une émulsion poly dispersée** est une émulsion dont la dispersion de la taille des gouttes n'est pas uniforme.
- Le degré d'uniformité des gouttes est connu sous le nom polydispersité ou **coefficient de variation (CV).** Le coefficient de variation est défini comme le rapport de la déviation standard du diamètre d'une collection des gouttes par rapport au diamètre moyen de la même collection. Typiquement, une valeur de CV inférieur à 5% correspond à une émulsion monodispersée, par contre une valeur plus élevée que 5% correspond à une émulsion polydispersée.

III. Motivations pour l'émulsification dans les dispositifs microfluidiques

Les émulsions produites par les méthodes mécaniques traditionnelles (conventionnelles) comme l'homogénéisateur, le mélangeur, et le moulin colloïdal, demandent une énergie importante sous forme de forces de cisaillement et de pressions. En outre ces émulsions ont une large distribution de taille des gouttes, et parfois elles ne sont pas reproductibles sous les mêmes conditions opératoires. Par contre les méthodes microfluidiques permettent de générer des émulsions avec faible énergie, et avec une distribution de taille étroite (kockmann, 2008)

IV. Avantages de la miniaturisation

L'avantage de la miniaturisation est de disposer de systèmes caractérisés par un rapport surface/volume très important. Cela permet d'accélérer les phénomènes de transferts de masse et d'énergie. Cette observation scientifique a permis d'imaginer une amélioration de plusieurs opérations unitaires où les phénomènes de transferts jouent un rôle prioritaire, par exemple dans les réactions chimiques polyphasiques, hétérogènes où l'augmentation de la surface d'échange permet d'avoir un taux de conversion de la réaction plus important. Par exemple, dans un microréacteur diphasique d'une dizaine de microns de large, on obtient une taille de bulles uniforme, constante et reproductible [Löwe, 2003]. Ces bulles se comportent chacune comme un réacteur. On peut ainsi contrôler les paramètres de transfert pour optimiser les temps de séjour et augmenter le rendement. Sur un réacteur à lit fixe par exemple, le fait

de remplacer la colonne à garnissage classique remplie de billes de catalyseur par des microréacteurs catalytiques empilés les uns sur les autres, permet d'obtenir une plus grande surface de contact et de diminuer les pertes de charges. Le gain d'énergie obtenu est non négligeable pour l'industriel et l'environnement. Le fait de maîtriser le transfert thermique limite l'emballement de la réaction chimique exothermique, évite la dégradation du catalyseur et permet d'obtenir une meilleure sécurité du procédé. C'est un avantage considérable pour le maintien et la gestion de la sécurité dans les entreprises fabriquant des produits toxiques ou explosifs [Hagendorf et al, 1998]. Les transferts d'énergie sont également augmentés, des petites structures ont vu le jour permettant d'évacuer des grandes quantités de chaleur.

V. Les limites de la miniaturisation

Les microréacteurs chimiques sont souvent limités par les lois physiques de l'hydrodynamique. La réduction des dimensions caractéristiques entraîne inévitablement une augmentation des pertes de charges par frottement lors de la circulation des liquides. Il existe donc des dimensions critiques pour que ces pertes de charge soient acceptables. La miniaturisation se heurte également aux problèmes liés à l'étanchéité du microsystème, si les dimensions des microcanaux sont trop petites, il sera d'autant plus difficile de les lier entre eux, dans ce cas on se heurte aux limites techniques. Pour une utilisation continue des microréacteurs, adaptés à la production industrielle, le passage de réactifs organiques et la formation de résidus chimiques d'une réaction entraîneront un encrassement progressif des microcanaux. Ils auront donc une durée de fonctionnement limitée qui peut varier selon les produits organiques utilisés, il sera nécessaire alors d'instaurer un cycle de remplacement des microréacteurs.

VI. Les principes des écoulements diphasiques

Les propriétés d'un écoulement diphasique dans des microcanaux dépendent de trois paramètres : la géométrie des canaux, les propriétés des deux fluides et les conditions d'écoulement. Ces facteurs peuvent être décrits par des paramètres adimensionnels.

Équations constitutives

L'équation générale de la dynamique des milieux continus (équation de Navier-Stokes) relie le champ de vitesse **v** au champ de pression *p*, en présence d'une force externe par unité de volume **f** :

$$\rho\left(\frac{\partial}{\partial t} + v.\nabla\right) = -\nabla p + \eta\nabla^2 v + f$$

avec ρ la masse volumique et ηla viscosité dynamique du fluide, et ∇^2 l'opérateur laplacien. Les termes $\rho(\mathbf{v} \cdot\nabla)\ \mathbf{v}$ et $\eta\nabla^2\mathbf{v}$ représentent respectivement l'inertie du fluide, et la force visqueuse par unité de volume.

Par ailleurs, la conservation de la matière

$$\frac{\partial\rho}{\partial t} + \nabla.(\rho v) = 0$$

S'écrit, dans le cas général pour les fluides incompressibles

$$\nabla v = 0$$

Les forces impliquées dans les écoulements peuvent être liées à la dissipation visqueuse, à la capillarité, à un gradient de pression ou à l'inertie du fluide.

- Nombre de Reynolds (Re) : qui décrit l'importance relative des forces d'inertie aux forces de viscosité.

$$\mathrm{Re} = \frac{\rho\ d\ v}{\mu}$$

Avec : ρ densité de fluide (Kg/m^3), v vitesse caractéristique (m/s), d longueur caractéristique (m) et μ viscosité dynamique (Pa s).

- Nombre de Bond (Bo) : qui relie les forces gravitationnelles aux forces de tension interfaciales.

$$\mathrm{Bo} = \frac{\Delta\rho g d^2}{\sigma}$$

Où $\Delta\rho$ est la différence de densité des fluides (kg/m^3), σ tension interfaciale de deux fluides en contact (N/m), g accélération gravitationnelle (m/s^2)

- Quand le nombre de Reynolds et de Bond sont inférieurs à 1, les forces interfaciales et de viscosité sont plus importantes que les forces d'inerties et de gravité. Un autre nombre adimensionnel est introduit pour représenter les effets relatifs de la force de viscosité à la force de tension interfaciale ce nombre est le nombre de capillarité Ca.

$$Ca = \frac{\mu\ v}{\sigma}$$

En microfluidique, l'ordre de grandeur de ce nombre est typiquement compris entre 10^{-3} et 10, ce qui signifie que les forces capillaires peuvent être alternativement dominantes, comparables ou négligeables devant les forces visqueuses. Dans le contexte de la formation de gouttes en environnement confiné, ce nombre traduit notamment l'influence du confinement. Lorsque la force capillaire est grande (donc à petit nombre capillaire), elle s'oppose fortement au détachement de la goutte, qui peut alors occuper tout l'espace disponible.

- Deux autres nombres adimensionnels conçus à partir des nombres de Reynolds et de capillarité sont le nombre d'Ohnesoeg (Oh) et le nombre de Weber (We).
- Le nombre de Oh est une relation entre la force de viscosité et les forces d'inertie et interfaciale, tandis que le nombre de Weber compare la force d'inertie à la force de tension de surface.

$$Oh = \left(\frac{Ca}{Re}\right)^{1/2} = \frac{\mu}{(\rho\ d\ \sigma)^{\frac{1}{2}}}$$

$$We = Re\ Ca = \frac{\rho\ v^2 d}{\sigma}$$

VII. Techniques d'émulsification microfluidique

L'uniformité de taille des gouttes est essentielle pour la stabilité de l'émulsion, car la différence de la pression de Laplace entre les gouttes de taille différente peut produire la coalescence.

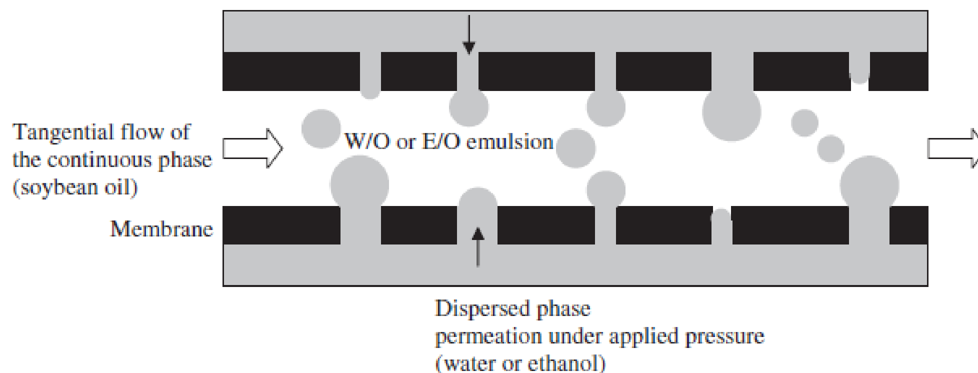
Il existe un assez grand nombre de techniques étudiées pour synthétiser des émulsions dans des générateurs comme la membrane poreuse, membrane poreuse artificielle, microcanaux avec une intersection de forme de T, microcanaux à Terrasse, et microcanaux à écoulement en pincement.

Les critères utilisés pour évaluer et comparer les dispositifs microfluidiques destinés à produire des émulsions sont :

1) Coefficient de variation entre les gouttes (uniformité des gouttes)
2) Distribution de taille des gouttes
3) Taille minimale de goutte
4) Facilité de microfabrication et de montage

VII. 1. Membrane poreuse

Dans l'émulsification membranaire la phase à disperser est forcée à pénétrer à travers la membrane microporeuse pendant que la phase continue s'écoule parallèlement à la surface membranaire.



Schématisation du processus d'émulsification dans les membranes traditionnelles

Les gouttes se forment à la terminaison de chaque pore et une fois détachées elles sont suspendues dans la phase continue. Il y a deux mécanismes de détachement des gouttes :

- la formation spontanée des gouttes ; celles-ci sont générées sans besoin d'écoulement de la phase continue et sont détachées grâce à l'énergie libre minimale.
- Par induction d'une force de cisaillement induite par l'écoulement de la phase continue sur les gouttes provoquant leur détachement. La taille de goutte formée par force de cisaillement peut être déterminée par équilibre entre la trainée et la tension interfaciale, forces qui agissent sur la goutte (Chun-Xia Zhao, 2010).

Dans la littérature les premiers travaux sont focalisés sur le matériau de fabrication des membranes, tels que Shirasu Porous Glass (SPG), céramique, polymère. En effet, les propriétés des matériaux contrôlent davantage la taille des gouttes que ne le fait la force induite par l'écoulement de la phase continue. Généralement, les tailles des gouttes sont 2 à 10 fois plus grandes que le diamètre moyen des pores. La taille de goutte ne sera pas contrôlée si la pression d'introduction de la phase dispersée augmente ou la force de cisaillement de la phase continue varie. L'inconvénient principal d'émulsification membranaire est la valeur élevée du coefficient de variation qui est supérieur à 10% et dépasse parfois 50%.

VII. 2. Membrane poreuse artificielle

La différence entre la membrane artificielle et celle conventionnelle est que la géométrie des pores et leur localisation peuvent être contrôlées par lithographie et par gravure par des réactifs ioniques. Le coefficient de variation des émulsions obtenues varie entre 1,5 et 5%. L'inconvénient de cette technique est que la taille de goutte est déterminée par la géométrie des perforations et ne peut donc pas être changée par les débits utilisés.

VII. 3. Emulsification dans les microcanaux à terrasse

Un ensemble de petits canaux étroits peu profonds conduisent la phase dispersée vers la terrasse et subséquemment celle-ci atteint le fond où la phase continue s'écoule. Quand la phase à disperser est forcée dans la terrasse, elle commence à former des gouttes déformées qui se développent et à un moment donné elles se détachent spontanément.

Sugiura et ces collaborateurs, sont les premiers à avoir proposé cette technique pour préparer des émulsions monodispersée, avec un coefficient de variation moins de 5% à des faibles vitesses.

VII. 4. Jonction de type T :

C'est un dispositif simple où deux microcanaux se croisent pour former T, la phase à disperser est introduite par le canal central, pendant que la phase continue s'écoule dans le canal principal. Le débit dans le canal central est généralement plus faible que celui dans le canal principal. Par conséquence, quand la phase à dispersée entre dans la zone d'intersection, la phase continue applique une force de cisaillement provoquant la génération des gouttes. Généralement la taille des gouttes dépend des débits utilisés, et à des débits faibles (faible force de cisaillement), la taille de goutte dépend des dimensions des microcanaux.

Thorsen et ses collègues ont fabriqué un microréacteur de géométrie T, en utilisant le processus de moulage. Une résine photosensible sur substrat de silicone est utilisée pour définir le moule de microcanal. Uréthane acrylate traité par UV est versé sur le moule et subséquemment exposé à la lumière UV. Les canaux d'uréthane moulé sont en suite encapsulés en utilisant une lamelle couverte par une fine couche d'uréthane et réexposé aux UV. Ils ont travaillé avec l'eau comme une phase dispersée et l'huile comme phase continue, ils ont démontré que la taille de goutte peut être contrôlée par modification de pressions utilisées pour faire varier les débits de deux phases. Quand la pression de l'eau (P_w) est très inférieure que la pression de l'huile (P_o), l'eau est tenue en échec et il y a pas de formation de gouttes. Dans le cas où la pression de l'eau est trop élevée par rapport à l'huile, les deux

liquides s’écoulent parallèlement. Quand P_w est égal à P_o, un flux plein de gouttes qui ressemble à un collier de perles est généré. Dans le cas où la pression P_w est légèrement plus grande que la pression critique nécessaire pour forcer l’eau dans l’huile, les gouttes uniformes générées sous forme d’un zigzag. Les tailles des gouttes est entre 12,5 et 40µm à des pressions de l’huile est de l’eau entre 0,533 – 1,493 bar.

Il existe deux modes d’écoulement des deux liquides immiscibles :

a. L’un où la phase continue est introduite par le canal horizontal, et la phase dispersée est introduite dans le canal vertical (Cross-flowing).
b. L’autre est le contraire de la première, la phase continue est introduite perpendiculairement à la phase dispersée qui s’écoule horizontalement dans le microcanal (perpendicular flowing).

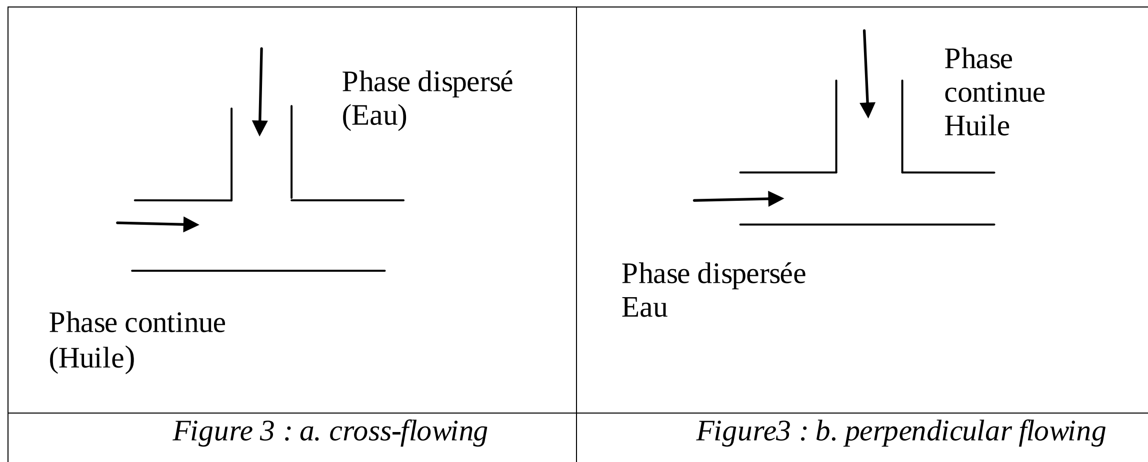


Figure 3 : a. cross-flowing *Figure3 : b. perpendicular flowing*

La première mode produit des gouttes avec une gamme de variation de dimension étroite par rapport au deuxième mode.

Il est possible de produire des gouttes et des gouttes allongées dans le microsystème de géométrie en T, en faisant varier les débits d’écoulement des phases continue et dispersée.

La longueur des gouttes allongées diminue avec le ratio de débit d’écoulement de la phase continue au débit d’écoulement de la phase dispersé (Qc/Qd) et avec le débit total d’écoulement dans la première technique, mais dans la deuxième cette longueur est affectée uniquement par le ratio des débits et est indépendante du débit d’écoulement total. En outre la technique de force de cisaillement horizontale (cross-flowing) donne des gouttes allongées de petite longueur par rapport à la deuxième technique.

Cependant, le diamètre des gouttes diminue linéairement avec l’augmentation de débit de la phase continue Qc et le débit total, mais il est indépendant du débit de la phase dispersée huileuse Qd. La taille moyenne des gouttes produites par la première technique est plus

grande que celle des gouttes produites par la technique de la force de cisaillement perpendiculaire.

Les mécanismes de formation des gouttes dans les deux techniques sont similaires, elle (la formation) dépend de l'interaction entre la force de cisaillement de la phase continue et la force de tension interfaciale. Les forces hydrodynamiques exercées par le canal ne sont pas importantes car le diamètre des gouttes est petit.

VII. 5. Ecoulement par pincement (« flow focusing »)

Cette structure est largement utilisée pour générer des gouttes monodispersées sphériques. Généralement, la phase continue s'écoule de deux cotés du canal, et rencontre la phase dispersée dans un canal de restriction (zone de pincement), où elle sera coupée en gouttes sphériques. En comparaison avec la géométrie en T, l'écoulement en pincement génère des gouttes plus que des gouttes allongées à cause de confinement de la phase dispersée dans la zone centrale du canal principal. Par conséquent, les gouttes peuvent être protégées contre la force de cisaillement (de viscosité), et de contact avec les parois de canal, qui peut provoquer l'adhésion ou la déformation de la goutte (Frank Jesse Zendejas, 2007)

La formation des gouttes peut être contrôlée par deux méthodes : (i) contrôle de débits d'écoulement des deux phases (ii) et contrôle de pression d'entrée des deux phases.

La taille des gouttes augmente avec l'augmentation de débit de la phase dispersée, et la vitesse de formation des gouttes augmente aussi en relation linéaire.

Dans le cas du contrôle de pression, la taille et la vitesse de formation de goutte augmente aussi avec l'augmentation de la pression de la phase dispersée. Il existe deux pressions critiques, une pression critique minimale autour de laquelle les gouttes commencent à se former et leur taille reste constante jusqu'à une pression élevée où la vitesse de formation croît rapidement.

VII. 6. Co-écoulement

L'écoulement à Co-courant est une autre technique utilisée pour produire des gouttes monodispersées où les gouttes sont générées quand la phase à disperser est introduite via un tube capillaire ou une aiguille dans un co-courant de la phase continue. Les régimes de formation de gouttes et de jets sont présents dans cette technique, bien que le mécanisme de transition du régime de gouttes au régime de jet ne soit pas encore compris.

Une comparaison entre les systèmes membranaires et la méthode de microcanaux est présentée dans le tableau 3. (H. SCHUBER et R. ENGEL 2004)

Tableau 03 : comparaison entre les systèmes membranaires et la méthode des microcanaux

processus	Membrane	Premix membrane	microcanaux
Détachement de la goutte par	Contraintes de cisaillement pariétales	Flux	Instabilité
Taille de goutte µm	0,1-10	0,1-10	>3
Distribution de tailles des gouttes	Etroite	Etroite	Monodispersées
Flux (m^3 m^{-2} h^{-1})	J_d <0,4 (0,2)	1< J_{em} < 10 (20)	J_d < 0,01
Risque de colmatage de la membrane	Moyen	Elevé	Faible

VIII. Différents modes de formation des gouttes

Actuellement, deux modes sont établis : égouttement (dripping), et jet.

Le praticien régit l'émulsion à des faibles débits des liquides dans l'égouttement, dans l'autre mode la formation des gouttes est au-delà des certains débits critiques des liquides. Dans la technique d'égouttement, la goutte augmente de volume et se détache de l'orifice sous l'action d'une force externe, comme la force gravitationnelle ou une perturbation imposée régulièrement (la force de cisaillement). Dans la technique de formation des gouttes par jet, la phase à dispersée se prolonge loin de l'orifice dans la phase continue, puis se divise en gouttes grâce à l'instabilité de Rayleigh.

Dans l'égouttement, la dynamique de formation des gouttes est décrite par le nombre de Bond ($B_o = \rho g L^2/\sigma$) et le nombre Reynolds ($Re = \rho L v/\mu$) où ρ, σ, µ, et υ sont la densité, la tension de surface, la viscosité, et la vitesse de fluide, respectivement, g et L sont l'accélération de gravité et la langueur caractéristique. En outre, des analyses expérimentales et numériques montrent que la viscosité de la phase dispersée joue un rôle important dans la stabilisation de la croissance de la goutte, mais n'a aucun effet sur la taille de goutte. Il est démontré que l'augmentation de la viscosité améliore l'amortissement des oscillations initiales de fil de goutte à cause de tension interfaciale. La tension de surface joue un rôle majeur dans le contrôle de la taille et la forme de la goutte.

Dans la technique de jet, des perturbations régulières sont imposées sur le jet, en lui coupant en gouttes monodispersées dans une manière périodique. Quand les forces externes sont absentes, des gouttes de large distribution de taille sont produites. Trois nombres adimensionnels régissent la dynamique de jet : le nombre de weber,$We = \rho v^2 L/\sigma$, le nombre de capillaire,$Ca = \eta v/\gamma$, et le nombre de Reynolds, Re. Par exemple la rupture de jet dans

le Co-écoulement à cause de l'instabilité dépend de nombre de capillaire de liquide extérieur, et du nombre de weber de liquide intérieur.

La transition entre le mécanisme d'égouttement et le mécanisme de jet dépend de rapport des viscosités de la phase dispersée et de la phase continue, de la tension interfaciale entre les deux liquides, et du faible débit de la phase dispersée. A un ratio de viscosité élevé, il est facile de former des longs fils et la transition d'égouttement au jet sera réalisée à faible débit de la phase continue.

IX. Paramètre influençant la taille des gouttes

IX. 1. La viscosité et la composition de l'huile

L'influence de viscosité des phases continue et dispersée sur la taille de goutte est dépendante de la géométrie et de la propriété du canal, et parfois dans les mêmes microcanaux, le comportement de l'écoulement est complexe, par exemple, dans les microcanaux en trous, la taille des gouttes est influencée fortement par la viscosité de la phase dispersée η_d, et non pas par le type d'huile. Quand la viscosité de la phase dispersée est inférieure à une valeur critique (100 mPas), la taille de goutte diminue avec l'augmentation de viscosité η_d, par contre si la viscosité η_d est supérieure à cette valeur critique la taille de goutte augmente (avec η_d) (C.X. Zhao et al 2010). J. Wacker et al (2009) ont étudié l'influence de viscosité de l'huile et de sa composition sur la taille des gouttes d'eau formées dans un microcanal de géométrie en bec en basant sur le principe des écoulements en pincement.

Ils ont utilisé quatre huiles de composition et de viscosité différentes : dioctyl phthalate (DOP) de viscosité dynamique µ = 43,03 mPas, acide oléique (µ = 27,06 mPas) les deux avec 0,01% de tween20, Fluorinert FC-40 (µ = 3,4 mPas) avec 0,125% en poids de Zonyl® FSO et l'octaméthyltrisiloxane qui est une huile à base de silicone (OMTS, µ = 4,0 mPas) avec 0,01% en poids de Triton X-100.

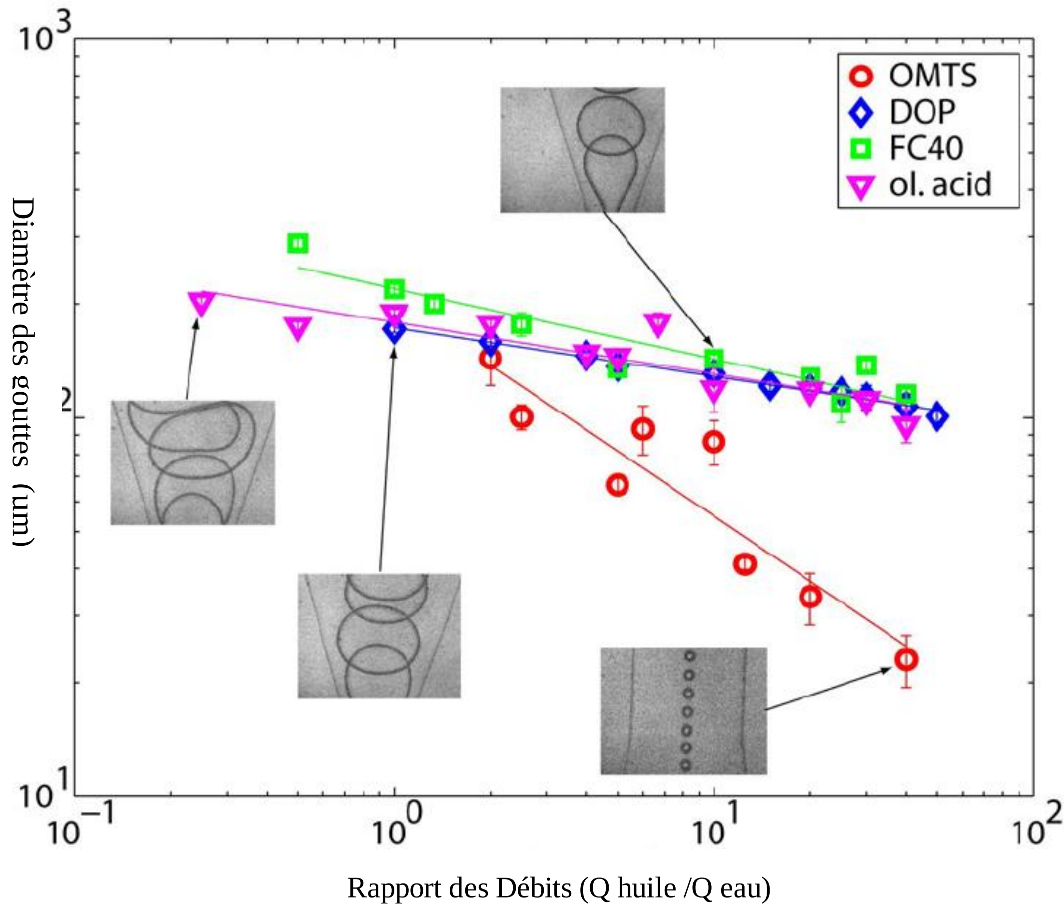


Figure 4 : diamètre des gouttes de l'eau dans des huiles différentes (J. Wacker et al. 2009)

Le diamètre des gouttes diminue linéairement avec l'augmentation de rapport des débits : d~ (Q huile/Q eau)$^{-a}$. Les coefficients exponentiels de DOP et de l'acide oléique sont proches (0,13 et 0,14), tandis que a est un peu élevé pour FC40 (0,18), et très élevé pour OMTS (a= 0,57). Les deux huiles d'origine hydrocarbure DOP et l'acide oléique ont des viscosités différentes, mais leur structure chimique est similaire. Les structures chimiques de FC40 et l'huile de siloxane OMTS sont différentes l'une de l'autre, et différentes aussi de la composition de DOP et l'acide oléique, mais leur viscosités sont similaire. La nature de l'huile a une importance sur la taille des gouttes plus que la viscosité.

La plus petite goutte produite par OMTS est 4 fois plus petite que les autres petites gouttes produites par les autres huiles, et la plus grande goutte est deux fois plus petite que la plus grande goutte produite par CF40 (J. Wacker et al. 2009).

IX. 2. Les conditions opératoires

Les conditions opératoires comme la pression, la température, les débits d'écoulements des deux phases dispersée et continue, le débit total et le rapport des deux

débits influe sur la taille de gouttes. J. Tan et al (2007) ont utilisé un microsystème de géométrie croix de PMMA pour synthétiser des gouttes allongées de l'eau dans l'huile.

A des débits des deux phases très élevés et au débit de phase continue très élevé par rapport à celui de la phase dispersée, la formation des gouttes n'aura pas lieu. Par contre dans le cas où la variation des deux débits est proportionnelle la formation des gouttes aura lieu dans l'intersection des deux canaux (figure 11, zone I), car la force de cisaillement est suffisamment élevée.

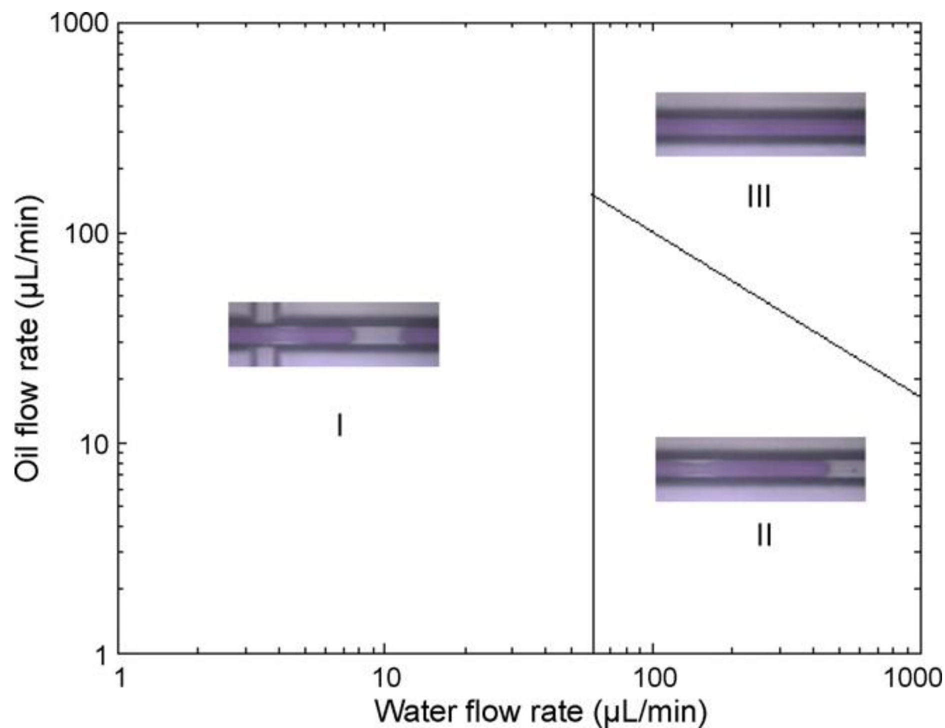


Figure 5: Effet des débits des écoulements des deux phases.

La longueur des gouttes allongées diminue avec l'augmentation de la vitesse d'écoulement totale et diminue aussi avec la diminution de rapport Qeau/Q huile.

IX. 3. Les effets interfaciaux

A l'échelle micrométrique, les forces de surface deviennent plus importantes que les forces de volume. Et l'ajout d'un surfactant devient parfois nécessaire pour former des gouttes. Une concentration de surfactant égale à la concentration micellaire critique est suffisante pour former des gouttes plus petites que les gouttes formées sans la présence de surfactant. Dans des microcanaux à écoulement en pincement (flow-focusing microchannels) la taille des gouttes diminue en augmentant la concentration de surfactant présent dans la phase continue ou dans la phase dispersée (Wu et al., 2008) ; alors que Tan et al. (2007) ont montré le contraire, Une concentration de surfactant supérieure à la Cmc ne diminue pas la

taille des gouttes allongées (J. Tan et al., 2007). Dans un microsystème à orifices droits (straight-through microchannels) l'influence de la concentration de surfactant varie avec la viscosité de la phase dispersée. La taille des gouttes est indépendante de la concentration de surfactant présente dans la phase continue quand la viscosité de la phase dispersée est inférieure à la valeur critique, mais quand cette viscosité est supérieure à cette valeur critique, la taille de gouttes est influencée par la concentration du surfactant. Le rôle de surfactant dans la formation des gouttes est important et compliqué aussi. Ainsi une émulsion de l'eau dans l'huile est produite dans des microcanaux hydrophobes comme ceux fabriqués dans du PDMS (poly (diméthylsiloxane)), tandis qu'une émulsion de l'huile dans l'eau peut être produite dans des microcanaux hydrophiles, généralement fabriqués dans du verre ou du silicone (Si(100)) ; mais on peut synthétiser les deux types d'émulsion dans des microcanaux construits à partir de PMMA (poly (méthylméthacrylate) (J. Tan. 2007) qui est partiellement hydrophobe (Nikhil S. al. 2004). Car l'angle de contact est ajustable par l'augmentation de concentration de surfactant au-dessus de la concentration micellaire critique, par conséquent, la surface de PMMA hydrophobe peut être totalement convertie en une surface hydrophile (Chun-Xia Zhao, 2010).

Chapitre II : Matériels et Méthodes

I. Matériels

Les phases en présence :

Phase aqueuse (phase à disperser) :

C'est une eau déminéralisée, produite dans le laboratoire, de tension superficielle égale à 70,5mN/m, et de viscosité dynamique égale à 1mPaS à 20°C.

Phase huileuse (phase continue) :

C'est une huile de tournesol (marque Lesieur, type Cœur de Tournesol), de viscosité et de tension superficielle mesurées à 20°C et valant respectivement, 71mN/m et 33mN/m. la densité de celle huile vaut 915kg/m 3.

La tension interfaciale entre l'huile de tournesol et l'eau déminéralisée est de 26mN/m.

Tensio-actif :

Le tensio-actif utilisé est le sorbitan sesquioleate, son nom commercial est le Span®83, de HLB 3,7. Il est soluble dans l'huile et présent sous forme liquide à température ambiante.

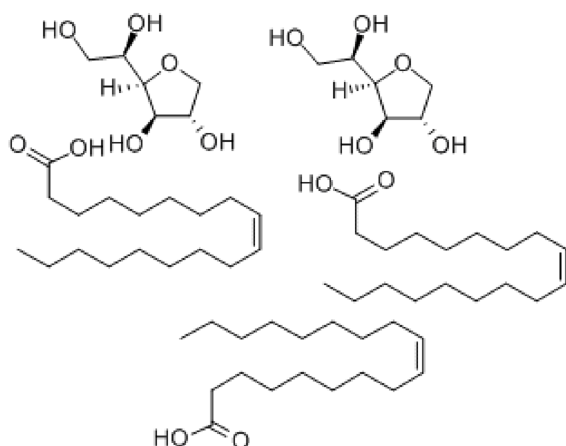


Figure 6 : structure moléculaire de sorbitan sesquioleate ($C_{66}H_{130}O_{18}$, 1175,7g/mole).

Le tensioactif Span®83 est un mélange des esters d'acides gras et d'anhydrosorbitol, et il ne contient ni de sulfure, ni azote, ni de noyaux aromatiques dans sa structure.

Les caractéristiques des fluides utilisés sont rassemblées dans le tableau N°4

Tableau N°4 : caractéristiques des fluides utilisés.

	µ à 20 °C (Pa.S)	*ρ à 20 °C (kg/m3)*	*σ à 20 °C (N/m)*
Huile (phase continue)	71	915	0,0331
Eau (phase dispersée)	1	1000	0,0705
Emulsion à 10% d'eau	81	923,5	0,0263

La densité de l'émulsion à 10% d'eau $\rho_é$ est calculée par la relation suivante :

$$\rho_{é} = \rho_c(1 - \emptyset_d) + \rho_d * \emptyset_d$$

Avec $\rho_{é}$ densité d'émulsion, ρ_c et ρ_d sont les densités de la phase continue et dispersée respectivement, $\emptyset_d$ est la fraction de la phase dispersée (eau).

Pour préparer une phase continue à 5% de surfactif, on met 95g de l'huile de tournesol dans une fiole contenant un barreau aiment puis on ajoute 5g de surfactif. Le mélange est met sous agitation légère (~600 tr/min) pour éviter la création des bulle d'air.

II. Méthodes

II. 1. Présentation des minis et microcanaux

Dans cette étude, deux systèmes comportant des canaux se croisant à angle droit sont utilisés. Ils sont composés respectivement de deux plaques de plexiglass : un couvercle et une seconde plaque dans laquelle est gravée une croix.

Une plaque est constituée de deux minicanaux croisés de section rectangulaire de largeur 500 µm et de profondeur 2500 µm (Diamètre hydraulique 833µm).

La deuxième plaque comporte deux microcanaux croisés de section carrée de 500µm de coté. Un joint torique de 3mm d'épaisseur assure l'étanchéité entre le couvercle et la plaque choisie. Les quatre branches des canaux croisés ont une longueur de 42,5mm les entrées/sorties et l'entrée de croisement. L'ensemble couvercle et plaque gravée, fixé par une vingtaine de vis et boulons, repose sur quatre pieds de 10 cm de hauteur. Les deux systèmes utilisés sont présentés sur la figure 07

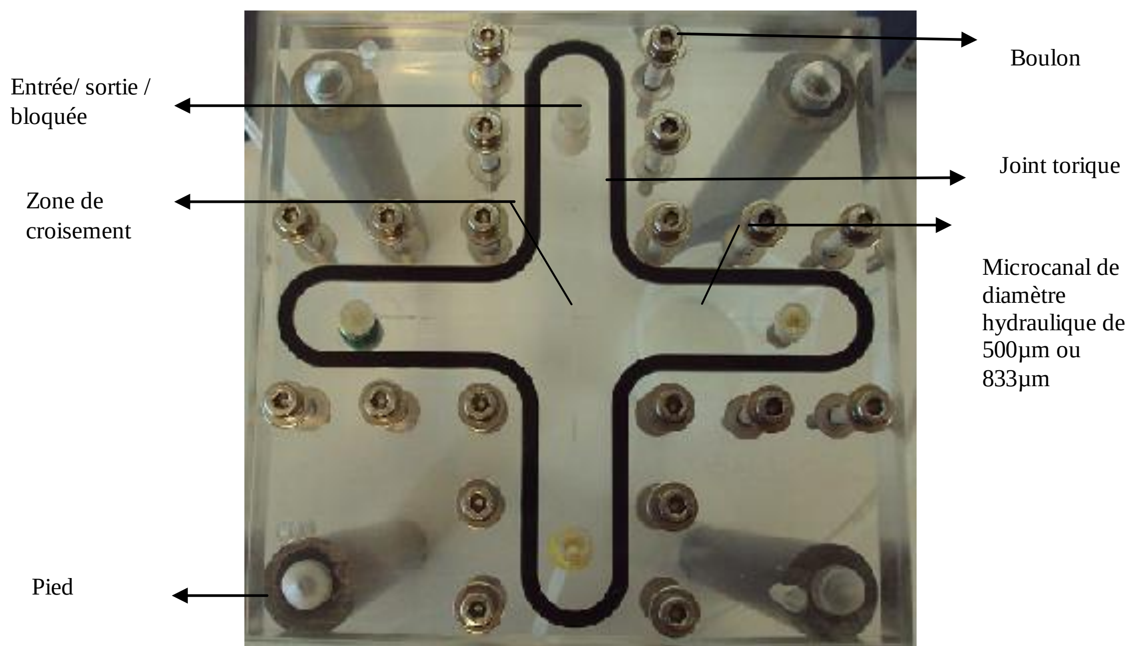


Figure 7 : photographie de microcanaux croisés.

II. 2. Dispositif d’alimentation des deux liquides

Les entrées des microcanaux croisés sont reliées à deux micropompes volumétriques à piston ARMEN INSTRUMENT AP-100/200 FLASH permettant de faire circuler les liquides dans les cellules à l’intermédiaire d’un tube de diamètre 1/8 de pouce (diamètre intérieur ~ 3mm). Les débits d’entrée réels des deux liquides sont mesurés à l’aide de deux balances de précision Ohaus Explorer Pro (précision 1mg), ces deux balances sont reliées à un ordinateur qui permet d’acquérir la masse débitée avec une fréquence choisie, en l’occurrence toutes les 30 secondes. (Voir la figure 8 représentant l’installation de production des émulsions

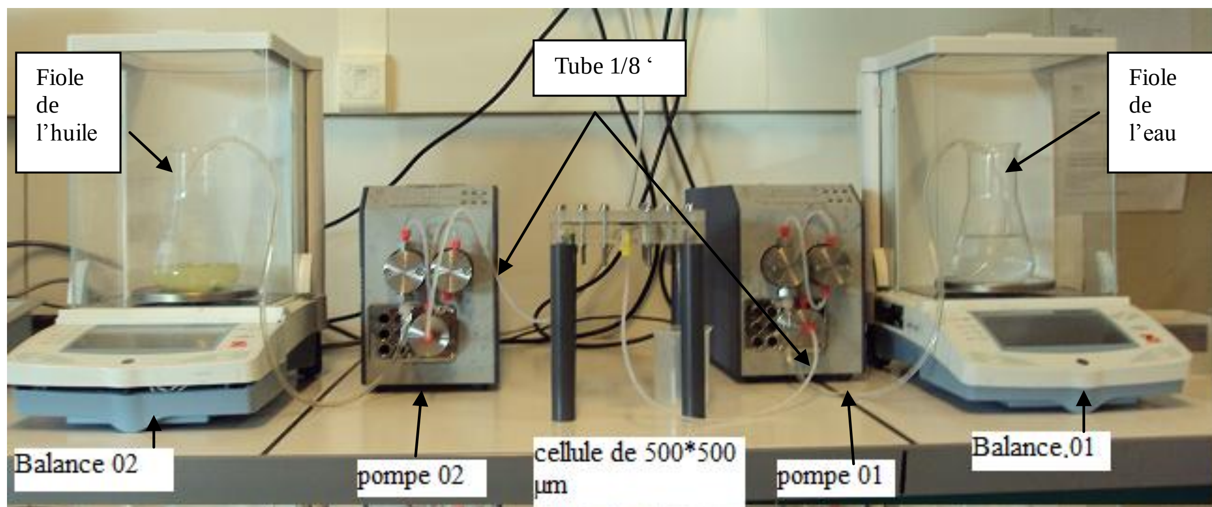


Figure N°8 : Photographie de l’installation de production des émulsions.

L’huile est introduite en premier pour hydrophobiser la cellule, puis on introduit l’eau à un débit équivalent à celui d’huile en premier lieu, puis on le diminue peu à peu jusqu’au débit désiré.

II. 3. Les configurations d’écoulement

Deux configurations d’écoulement des fluides sont étudiées, l’une appelée configuration A où la phase continue huileuse circule perpendiculairement à la phase dispersée l’eau, (figure N°9 a), et une deuxième configuration, B, où les phases continue et dispersée circulent de manière opposée (arrivées à 180°) l’une par rapport à l’autre (figure N°9 b)

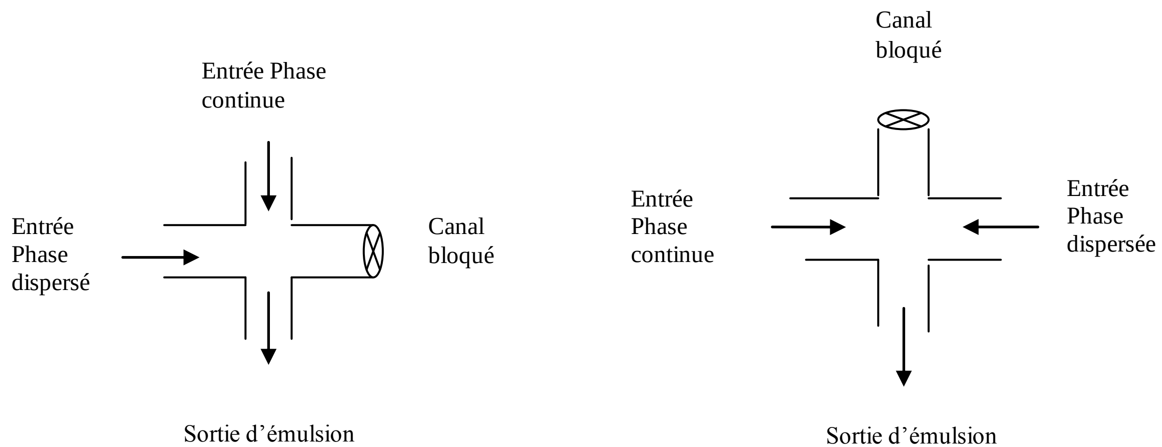


Figure 9 : a) configuration A *b) configuration B*

Une troisième configuration a été testée, appelée configuration impactante où il y avait deux sorties (figure N°10), mais malheureusement, il n'y avait pas formation d'émulsion à cause d'un mauvais mélange des deux phases qui résulte de la présence d'une couche d'eau non émulsionnée. Cette configuration est testée avec la cellule de diamètre hydraulique 500µm.

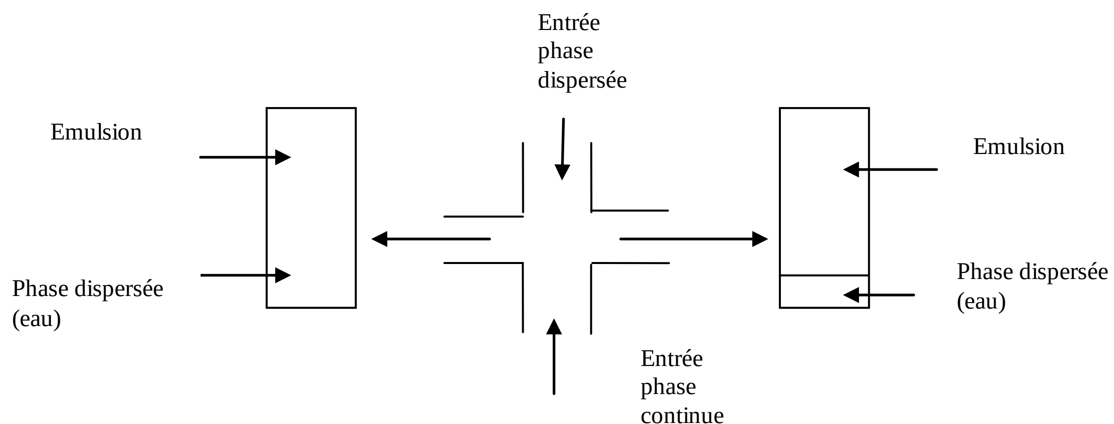


Figure N° 10 : configuration impactante

II. 4. Mesure de la viscosité

Les viscosités de l'huile et des émulsions ont été mesurées à 20°C en utilisant un viscosimètre Paar Physica MCR 500 commercialisé par la compagnie Anton Paar France S.A.S. La variation de la viscosité des liquides par rapport au taux de cisaillement a été étudiée, montrant que tous les fluides étudiés dans le présent travail ont montré un comportement

newtonien, sauf l'émulsion ayant une fraction 30% d'eau (voir les graphes dans l'annexe figures A1 à A4).

II. 5. Mesure des tensions superficielle et interfaciale

Les tensions de surface de l'huile et de l'eau et la tension interfaciale ont été mesurées à 20°C en utilisant un tensiomètre KRÜSS (processeur K-12). (Voir les graphes dans l'annexe figures A 5 à A 7)

Le tensiomètre KRÜSS détermine la tension superficielle ou interfaciale à l'aide d'une sonde mouillable suspendue à une balance de précision, qui peut être un anneau soit une plaque. Nous avons travaillé avec une plaque. Un porte échantillon réglable en hauteur est utilisé pour porter le liquide à mesurer en contact avec la sonde. Une force agit sur l'équilibre dès que la sonde touche la surface. Si la longueur de la sonde est connu (circonférence de l'anneau ou la longueur de la plaque) la force mesurée peut être utilisée pour calculer la tension interfaciale ou superficielle. Une autre exigence est que la sonde doit avoir une énergie de surface très élevée. C'est pourquoi un alliage de platine-iridium est utilisé pour l'anneau de platine et la plaque.

II. 6. Analyse granulométrique des émulsions

Un microscope (Zeiss, modèle 0.1A) muni d'une camera Axio Cam est utilisé pour caractériser l'émulsion, le diamètre moyen des gouttes est calculé manuellement à partir des images prises de l'échantillon à un grossissement de 63× oil. Le nombre des gouttes analysées doit être de l'ordre de 500 pour pouvoir calculer le coefficient de variation (CV est le rapport de l'ecartype sur la moyenne), ce qui permet de donner des informations sur la distribution de taille et l'homogénéité des émulsions.

Une lame de Mallassiez a été choisie pour observer l'émulsion sous microscope, car l'épaisseur entre elle et la lamelle est 200µm, ce qui permet de conserver l'échantillon et de ne pas déformer les gouttes sphériques.

Chapitre III : Résultats et Discussions

I. Détermination d’une zone de fonctionnement (plage de débits) :

Dans notre étude les liquides utilisés ont des propriétés physiques différentes (le rapport des viscosités dynamiques est de l’ordre de 70) et les débits à admettre pour chacun des fluides sont également assez éloignés. Les pompes que nous utilisons sont conçues à la base comme des pompes pour chromatographie de type HPLC supportant des pressions relativement élevées (jusqu’à une vingtaine de bars) et pouvant délivrer des débits d’eau de l’ordre de 100 mL/min, raisons pour lesquelles elles ont été sélectionnées pour nos études. Mais à l’origine, elles ont été prévues pour alimenter des appareillages avec des solutions organiques peu visqueuses. Elles trouvent dans cette étude des difficultés à introduire les deux phases à cause de la concurrence de pressions d’entrée dans le microsystème (les pressions de deux entrées ne sont pas égales, celle de l’huile est bien supérieure à celle de l’eau). La difficulté de ce travail a donc résidé dans la recherche de conditions de fonctionnement satisfaisantes permettant de formuler des émulsions tout en délivrant des débits d’huile supérieurs à ceux de l’eau. Ainsi nous avons montré que le débit maximal l’huile étudié est voisin de 40ml/min, avec un débit d’eau ne dépassant pas 5ml/min afin qu’il ait formation d’émulsions. Cette zone de fonctionnement déterminée pour les débits permet de produire des émulsions ayant un aspect homogène avec des fractions d’eau variant de 3% à 30%.

II. Détermination du comportement des phases d’émulsion

Selon la littérature, il est impossible de produire des émulsions de l’huile dans l’eau avec un tensio-actif lipophile de HLB inférieur à 6 (Jean Poré) et avec une inversion de phase généralement constatée aux alentours d’une fraction d’eau de 80%. Cependant, dans notre étude, on a pu observer le début d’inversion de phase à une fraction de 20% d’eau seulement, et bien que le HLB du span83 soit de 3,7. La concentration en Span 83 dans la phase continue étant de 5% (Figure N°12).

Nadine PIERAT, dans sa thèse intitulée « préparation des émulsions par inversion de phase induite par agitation » (2010), a étudié le comportement de phase des émulsions contenant du Span40 (HLB = 6,7, et avec une concentration massique de 2%) à différentes composition de l’eau (de 0,5 à 0,9). Il a trouvé que la ligne d’inversion de phase catastrophique se situe à une fraction d’eau de 0,8. Cette fraction est bien supérieure à celle ce qu’on a rencontrée dans notre système. Ces résultats nous donnent l’impression que ce système convient plus dans l’absolu à synthétiser des émulsions de l’huile dans l’eau que des émulsions de l’eau dans

l’huile. Notons, que S. Rio (Ref.) a effectivement précédemment réussi avec succès à synthétiser des émulsions de type huile de tournesol/eau dans les systèmes que nous utilisons. En conclusion, notre étude montre que les émulsions de type eau dans l’huile peuvent être formées dans ces systèmes mais avec une fraction qui ne dépasse pas 20%.

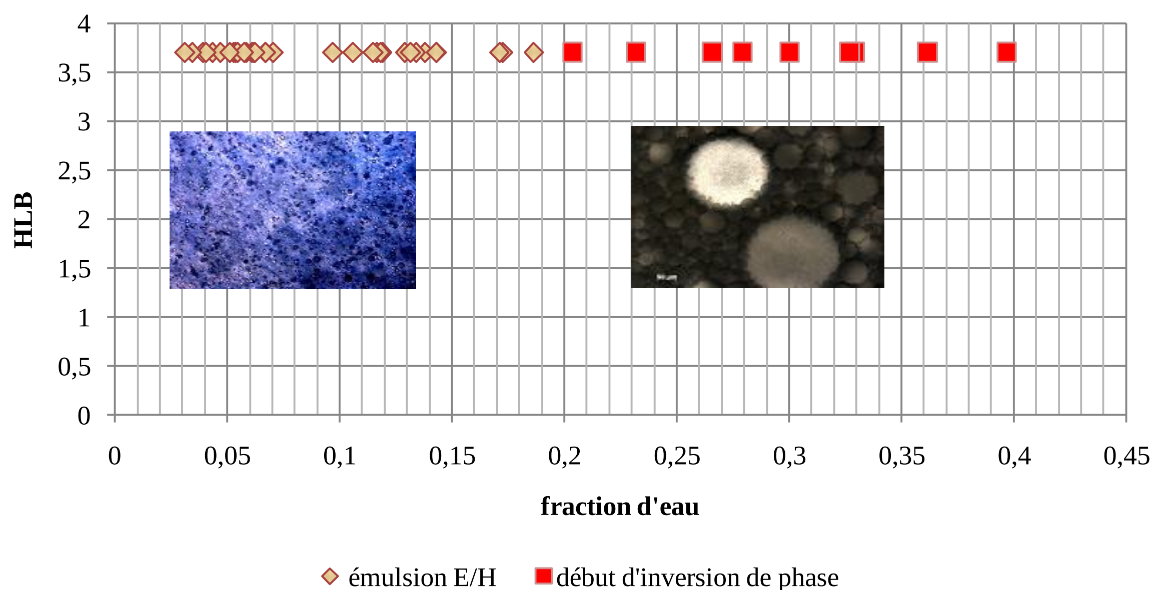


Figure N°12 : Graphe de morphologie des émulsions contenant un seul tensio-actif Span83

III. Perte de charge en milieu diphasique

Préalablement à l’expérimentation, nous avons effectué des calculs préliminaires permettant d’évaluer la perte de charge attendue dans les mini et microcanaux. La perte de charge a été calculée par rapport aux phases continue et dispersée, et l’émulsion à 10% de fraction d’eau dont les caractéristiques sont présentées dans le tableau au-dessus

La perte totale dans le système est la somme des pertes dans les tubes d’alimentations et dans les mini ou microcanaux comme le représente le schéma suivant

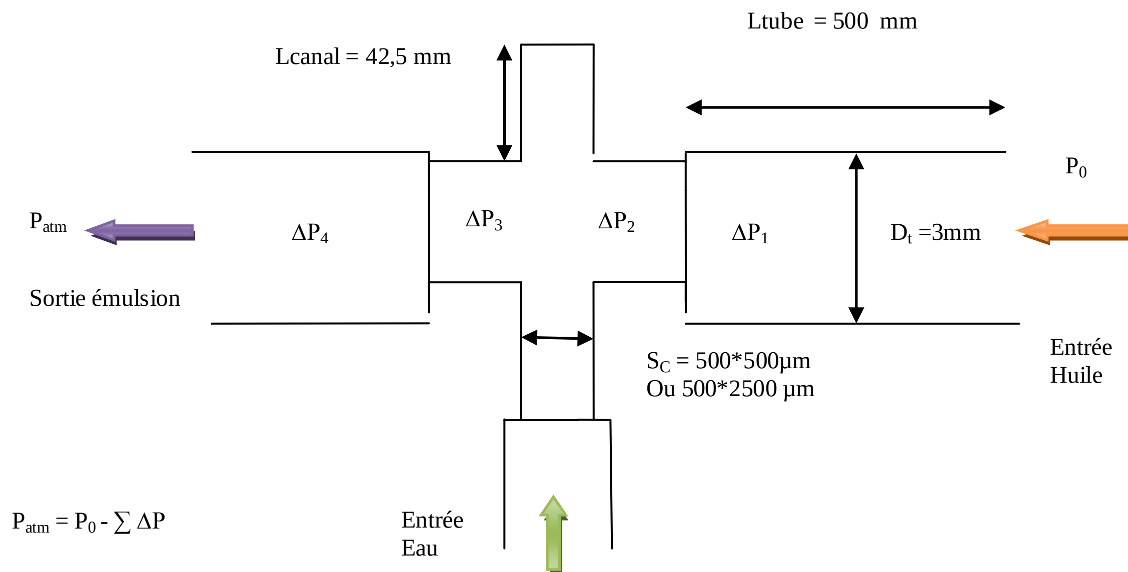


figure N13 : schéma représentant les différentes pertes de charge.

Le nombre de Reynolds de l'huile et celui de l'eau sont toujours inférieurs à 24 et à 164 respectivement, dans la plage des débits étudiés, ce qui signifie que le régime est laminaire. D'où la possibilité d'utiliser la loi de Bernoulli pour calculer la perte de charge (Norbert Kockmann, 2008)

$$\Delta P = \left(C_f * \frac{l}{d_h} + \xi R_e\right)\frac{\rho v^2}{2}\frac{R_e}{d_h^2}$$

Avec C_f coefficient de friction, l longueur de tube, d_h diamètre hydraulique, Re nombre de Reynolds, ξ coefficient de perte de charge dans les coudes et les connectiques outre que la perte de charge dans le canal droit représenté par C_f, on le prend égale à 0 dans notre calcul, ρ la densité, v vitesse. Les valeurs de ces grandeurs sont représentées dans le tableau N°6

Tableau N°5 : grandeurs caractéristiques utilisées.

	Tube	***Microcanal***	***Minicanal***
Diamètre hydraulique (m) d_h	0,003	0,0005	0,000833
Longueur (m) l	0,5	0,0425	0,0425
Coefficient de friction C_f	64	56,92	56,92

La perte de charge dans les coudes à angle droits n'a pas été prise en compte

Les résultats sont représentés sur la figure N°14.

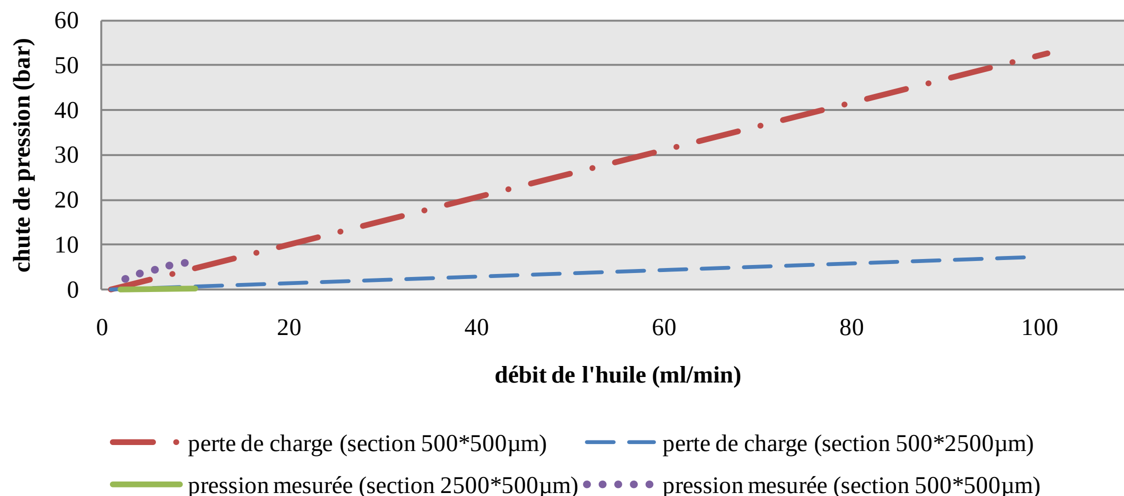


Figure N°14 : chute de pression théorique dans les mini et microcanaux.

Les pressions des liquides aux entrées du système doit être au minimum égales à la somme de pression atmosphérique Patm et de la somme des pertes de charge

$P_{\text{entrée liquide}} = p_{atm} + \sum \Delta P$

La figure 14 montre que les pressions mesurées par des capteurs de pression sont légèrement supérieurs à la perte de charge théorique.

En pratique, les pressions trouvées expérimentalement et qui sont affichées par les pompes d'alimentation ARMEN, n'ont pas une valeur stable mais elles varient aléatoirement entre une valeur minimale et une valeur maximale, pour cette raison les pressions sont représentées sous forme d'intervalle dans le tableau 7suivant :

*Tableau N°6 représentant les intervalles de pression dans les microcanaux de section 500*500µm.*

Configuration A									
Débit huile (ml/min)	11,738	17,6232	18,148	21,942	23,75	29,29	39,44	41,43	54,54
Pression (bar)	[0- 14]	[0 – 12]	[1- 21]	[0 – 19]	[2 – 22]	[0– 13]	[5– 20]	[9– 21]	[7– 21]
Configuration B									
Débit d'huile (ml/min)	13,155	15,38	17,416	22,46	32,107				
Pression (bar)	[0 – 12]	[6 – 15]	[3 – 15]	[10-17]	[12-15]				

On se permet de conclure que les résultats expérimentaux correspondent aux calculs théoriques de pression.

IV. Influence des conditions opératoires

IV. 1. Influence de rapport des débits de deux phases

Pour savoir quelle est l'influence du rapport de débits de deux phases sur la taille des gouttes, on augmente le rapport de débit de l'huile sur le débit de l'eau (QH/QE) de 4 à 30. On trouve que le diamètre moyen des gouttes diminue entre les rapports 5 et 10, puis il se stabilise. (Voir la figure N°15).

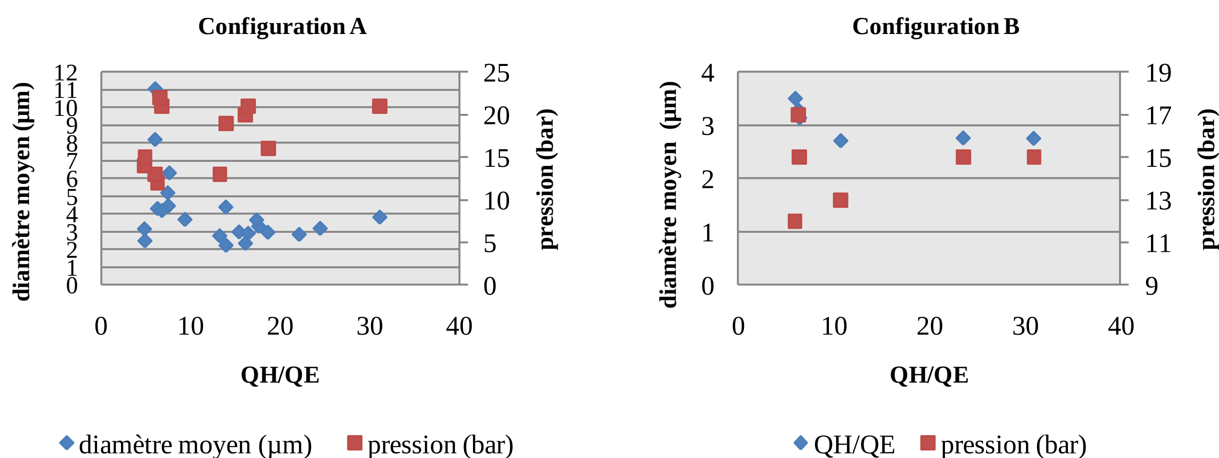


Figure N°15 : Influence de rapport de débit de deux phases sur la taille des gouttes

IV. 2. Influence du débit d'huile

En faisant varier le débit de la phase continue (huile) pour un débit fixe de la phase dispersée (eau) à 2ml/min, et une concentration fixe de surfactif de 5% dans la phase continue, la taille moyenne des gouttes décroît brutalement de 11µm à 2,36 µm lorsque le débit de l'huile augmente de 10ml/min à 30ml/min. Mais à partir de 40ml/min le diamètre moyen augmente légèrement, de nouveau. (Figure N°16).

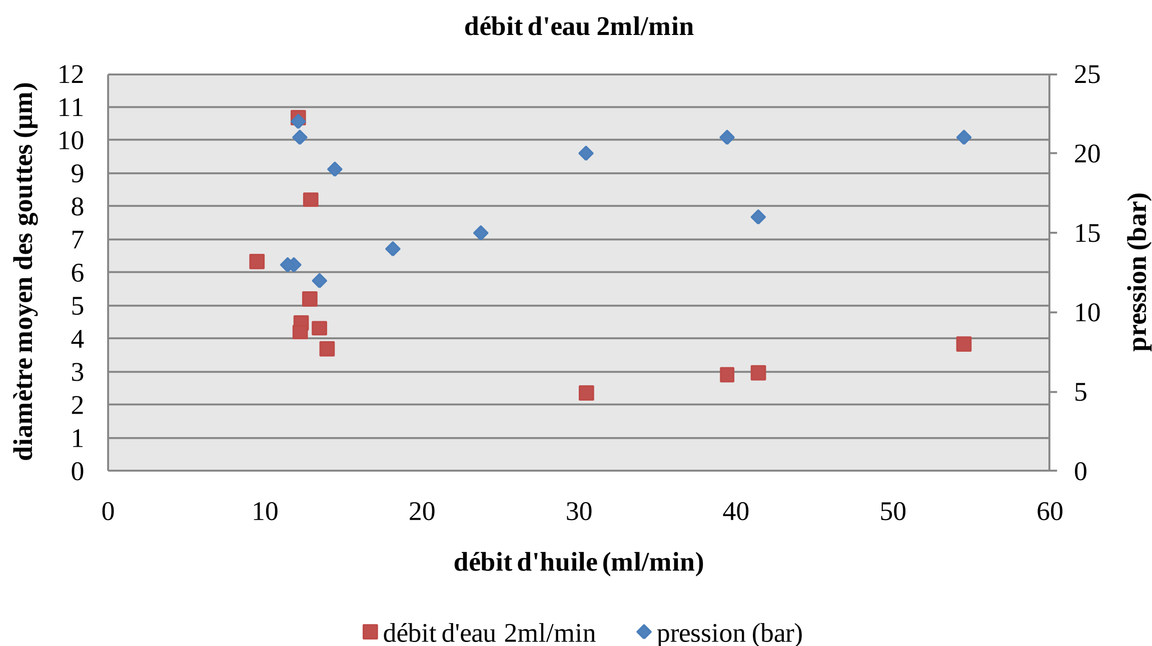


*Figure N°16 : Influence de débit de la phase continue sur la taille des gouttes produites dans des microcanaux de section 500*500µm avec la configuration A. à 5% de surfactif Span83.*

IV. 3. Influence de configuration d'écoulement

Nous constatons que la configuration d'écoulement des deux phases a son importance sur le diamètre moyen des gouttes, et sur la distribution de taille des gouttes. Une comparaison entre les diamètres moyens des gouttes produites dans des microcanaux à section carrée 500*500µm à une concentration de surfactif de 5% de la phase continue avec les deux configurations A et B a été faite, et les résultats sont présentés sur la figure N°17.

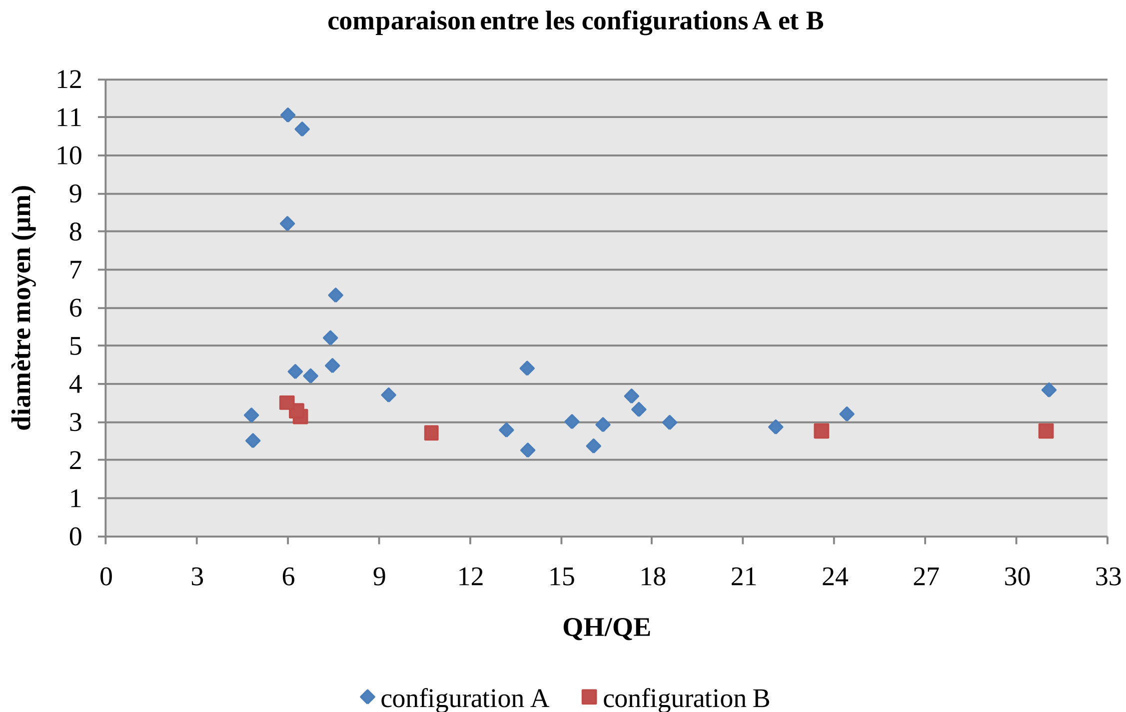


*Figure N°17 : influence de configuration d'écoulement des deux phases sur la taille et la distribution de la taille des gouttes produites dans des microcanaux de section 500*500µm.*

La taille moyenne des gouttes produites avec la configuration B est toujours inférieure à celle des gouttes produites avec la configuration A. A un rapport de 6 (correspondant à une fraction d'eau de 13,5%) le diamètre moyen est 3,13 µm, alors que pour la configuration A au même rapport de débits le diamètre est 8,2 µm.

Les émulsions produites avec la configuration B ont un diamètre moyen des gouttes indépendant de rapport des débits des deux phases, par contre la configuration A donne des émulsions ayant un diamètre moyen des gouttes qui diminue avec le rapport des débits des phases. Les tableaux N°8 et N°9, permettent de mieux comparer ces deux configurations.

*Tableau N°7 : caractéristiques des émulsions produites dans les microcanaux de section 500*500µm avec la configuration A.*

Configuration A			
Fraction volumique d'eau (%) de l'ordre de	5	10	15
Diamètre moyen (µm)	3,13	4,922	6,8

*Tableau N°8 : caractéristiques des émulsions produites dans les microcanaux de section 500*500 µm avec la configuration B.*

	Configuration B		
Fraction en % avoisine	5	10	15
Diamètre moyen (µm)	2,75	2,8	3,3

Les figures 18 et19 représentent des courbes de distribution de taille pour les deux configurations différentes avec des conditions opératoires proches.

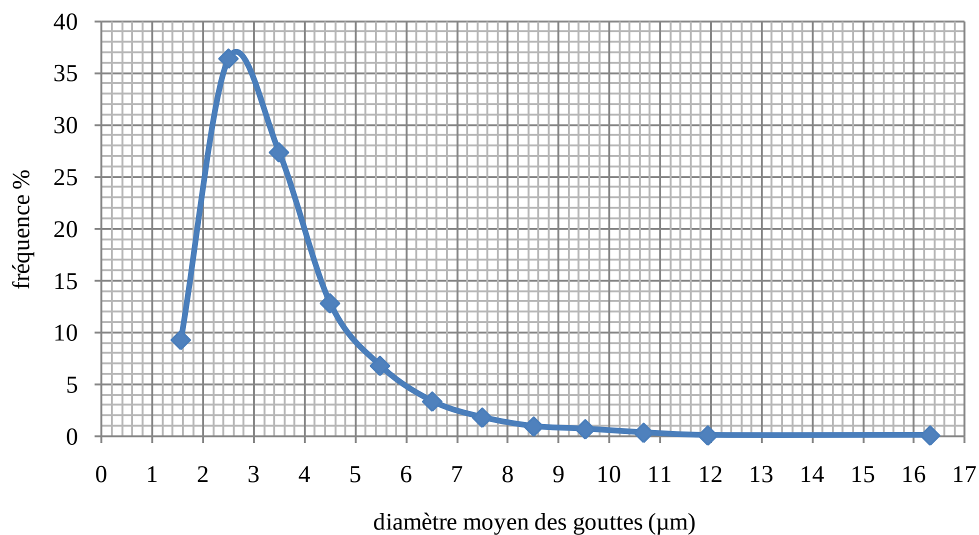


*Figure N°18 : distribution de taille des gouttes produites dans les microcanaux de section 500*500µm, avec la configuration B (fraction d'eau est 13,5%, QH/QE = 6, Span 83 5%)*

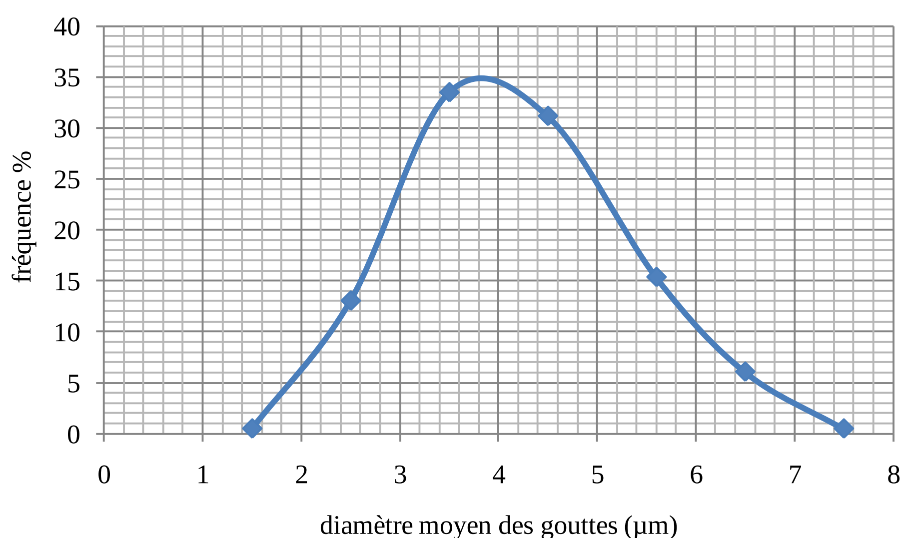


*Figure N°19: distribution de taille des gouttes produites dans les microcanaux de section 500*500µm, avec la configuration A (Fraction d'eau 12,91%, QH/QE = 6, 745, Span 83 5%)*

IV. 5. Influence du tensio-actif

La concentration du surfactif n'a pas d'influence sur la taille des gouttes, car les expériences réalisées à des concentrations de surfactif comprises entre 5% et 10% de la phase continue dans les microcanaux de section 500*500µm avec la configuration A, n'ont pas montré de variation significative de la taille des gouttes. Par exemple à un rapport des débits de 15 la taille des gouttes est voisine de 3µm pour les deux concentrations du surfactif (Figures 20 et 21).

Mais ce qu'on peut observer est dans les émulsions à 5% de surfactif les tailles des gouttes sont davantage dispersées que dans celles produites à 10% de surfactif. On peut expliquer cette différence de distribution de taille par la difficulté des molécules de surfactif de s'adsorber rapidement sur l'interface des gouttes, et d'empêcher leur coalescence, à cause de la viscosité élevée de la phase continue qui provoque une difficulté de diffusion des particules.

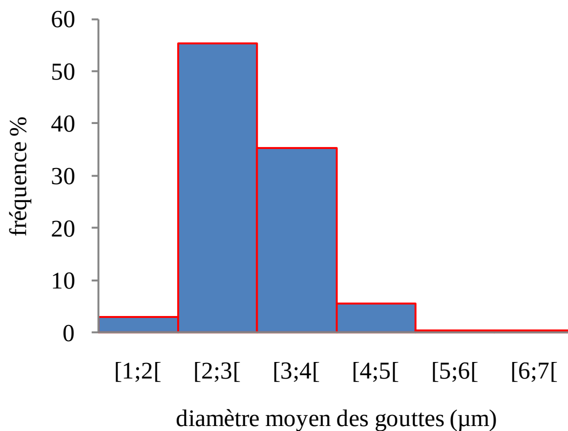


Figure N°20 : histogramme des fréquences en fonction de la taille des gouttes produites à 10% de surfactif, QH/QE = 15, fraction de l'eau est de 6,11%

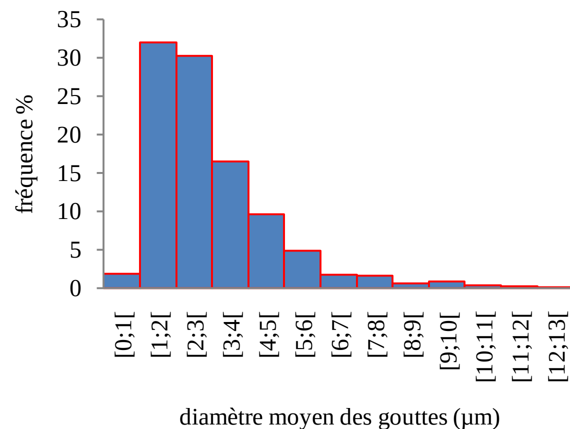


Figure N°21 : histogramme des fréquences en fonction de taille des gouttes produites à 5% de surfactif, QH/QE = 15, fraction de l'eau est de 6,11%

Outre que Span83, plusieurs surfactifs ont été testés (span80, HLB = 4,3, un mélange de Span85, HLB = 1,8 (85,60%massique) et de Tween80, HLB = 15 (14,40% massique)), mais ils n'ont pas montré aucune influence sur la qualité d'émulsion.

IV. 4. Influence de la section des deux canaux

Pour connaître l'effet de la section et du diamètre hydraulique sur la taille des gouttes, on a essayé de refaire les mêmes expériences avec des microcanaux de section rectangulaire 500*2500µm (ce qui correspond à une section de surface 5 fois plus grande) et ayant un diamètre hydraulique égal 833µm.

Il est très difficile de formuler des émulsions dans ces microcanaux, et même celles qui ont pu être formées sont difficilement reproductibles.

L'écoulement est stratifié et les débits ne sont jamais stables.

Le diamètre moyen des gouttes calculé pour les émulsions formées est de l'ordre de 4µm pour une fraction de l'eau de 6% (QH/QE = 15), il est du même ordre de grandeur que celui des gouttes formées dans les microcanaux de section carrée 500*500µm. (voir figure N°22).

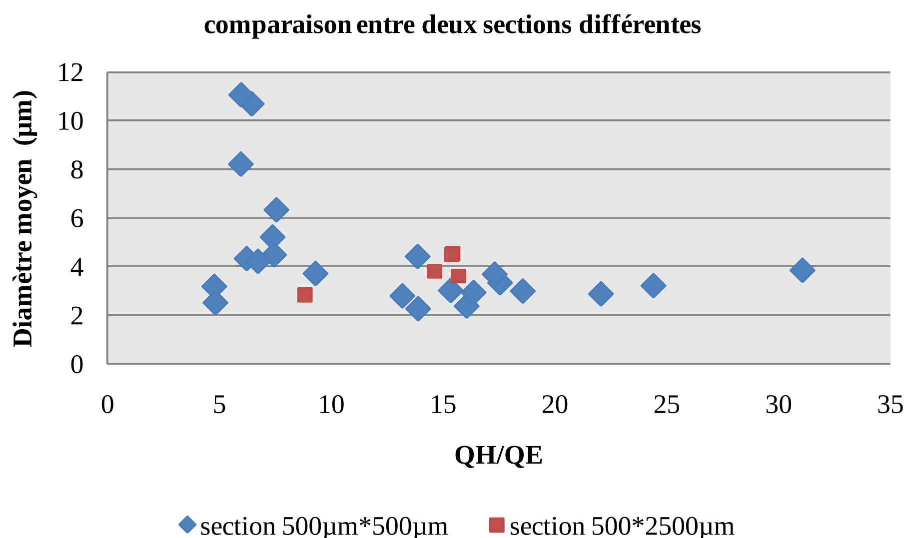


*Figure N°22 : comparaison entre deux sections différentes 500*500µm et 500*2500µm.*

La figure N° 23 montre l'aspect général d'une émulsion et la distribution de taille des gouttes obtenues dans ces minicanaux.

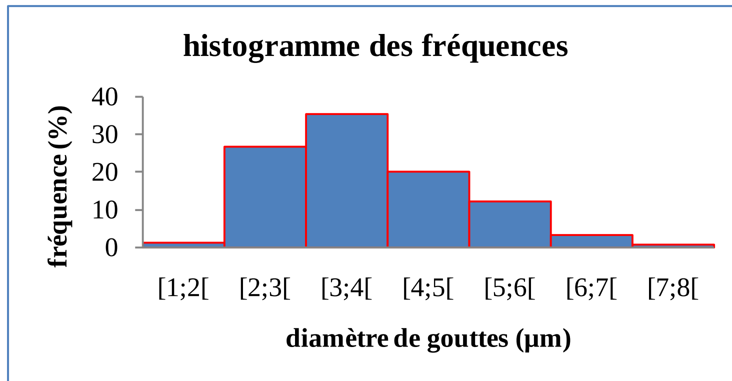
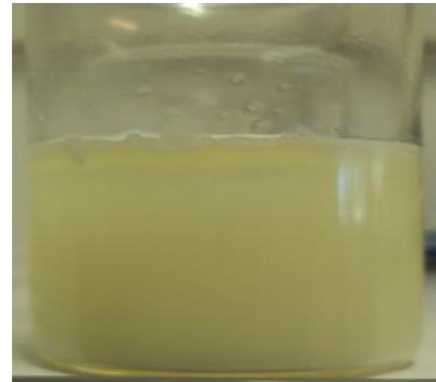


*Figure 23 : (a) histogramme des fréquences en fonction des intervalles de taille des gouttes d'eau dans l'émulsion synthétisée avec 7, 557ml/min d'huile, 0,516ml/min d'eau et 7% de surfactant dans les mini canaux de section 500*2500µm.*



*(b) émulsion synthétisée avec 7,557ml/min d'huile, 0,516ml/min d'eau et 7% de surfactant dans les minicanaux de section500*2500µm.*

V. Conclusion

Cette étude expérimentale montre qu'il est possible de générer des émulsions de type eau dans huile dans le microsystème de section 500*500µm à des débits totaux de l'ordre de 10 ml/min à 40ml/min, et à des fractions d'eau ne dépassant pas 20% afin de ne pas tomber dans le phénomène d'inversion de phase. Une concentration de surfactif de 5% de la phase continue est nécessaire pour stabiliser ces émulsions, cependant une concentration à 10% ne réduit pas la taille des gouttes mais donne des courbes de distribution de taille plus étroites. Les essais réalisés ont montré que le diamètre moyen des gouttes dépend fortement de rapport de débit de la phase continue sur le débit de la phase dispersée (QH/QE), plus ce rapport augmente plus le diamètre moyen diminue. Ce diamètre diminue aussi avec l'augmentation de débit de la phase continue (huile), cette dernière constatation étant par ailleurs largement faite dans la littérature.

La configuration d'écoulement où les deux phases entrent dans le même axe avec un angle de 180° (configuration B), produit des émulsions ayant une taille moyenne des gouttes voisine de 3µm, quelle que soit la fraction d'eau utilisée (de 5% à 15%). Par contre, l'autre configuration, A, où la phase continue rentre dans le canal horizontal en coupant le flux de l'eau perpendiculairement, produit des émulsions avec des tailles moyennes de gouttes qui varient avec la fraction de l'eau : à des fractions respectives de 5% à 15%, le diamètre moyen

des gouttes varie entre 3µm et 7µm respectivement. Le seul inconvénient de produire des émulsions dans ce micromélangeur que le coefficient de variation est supérieur à 10% et dépasse 50% par fois. (Voir les annexe B et C).

En revanche, les expériences effectuées dans les minicanaux de section rectangulaire (largeur : 500µm, hauteur : 2500µm), ont montré que ces dimensions des minicanaux ne permettent pas d'obtenir un bon mélange des deux phases immiscibles ; il s'en suit que la formation des émulsions est plus ardue et que celles-ci sont difficilement reproductibles. Cette taille de canal est moins génératrice de chute de pression car la section est 5 fois plus grande que celles des canaux de 500 µm mais elle ne permet pas une production satisfaisante d'émulsion de type eau dans huile.

Les résultats d'émulsification dans les microcanaux ont été caractérisés à l'aide des nombres adimensionnels :

- Le nombre de Bond, B_0, égale à 0,0079 < 1, ce qui permet de confirmer que les effets gravitaires sont négligeables devant les effets de tension interfaciale.
- Le nombre de Reynolds, R_e, varie de 3 à 23 (calculé par rapport à la phase continue huile et par rapport à l'émulsion de 10% d'eau), et inférieur à 164 dans le canal de l'eau en entrée, ce qui signifie que le régime est laminaire et que les forces d'inertie et de viscosité sont en compétition entre elles.
- Le nombre capillaire, Ca, est entre 2 et 11, ce qui signifie que les forces capillaires sont comparables ou négligeables devant les forces de viscosité. Une force capillaire très élevé (Ca très petit) n'est pas favorable à la formation des gouttes.
- Le nombre de Weber, We, est compris entre 0,8 et 87, selon les conditions opératoires ce qui montre la compétition entre la force d'inertie et la tension interfaciale.

Plusieurs perspectives de recherche apparaissent à l'issue de ce travail. L'influence du canal bloqué sur la formation des gouttes n'est pas encore éclaircie, il faudrait tester un système à 3 voies. Une étude supplémentaire est nécessaire pour connaitre le mécanisme de génération des gouttes dans ces microcanaux à hauts débits des phases.

La chute de pression élevée constatée ne nous a pas permis d'explorer des débits supérieurs, ceci nous oriente vers la recherche d'autres systèmes de pompage ou vers l'utilisation des mélangeurs statiques à la place des microcanaux.

2^{emme} partie : système d'alimentation pneumatique

Chapitre IV : Mise au point et test d'un système d'alimentation pneumatique en remplacement de pompes pour les microsystèmes

I. Introduction

Un système d'alimentation pneumatique consiste d'utiliser un gaz sous pression (exemple : air comprimé, N_2) comme un agent actionneur qui exerce une pression sur la surface du liquide contenu dans un récipient, ce dernier se trouve dans un réservoir fermé hermétiquement. Le liquide est poussé par le gaz et sort du réservoir à travers un tube. Néanmoins ce système d'alimentation a besoin d'un système de régulation de pression en amont du réservoir pour maintenir le débit de liquide en sortie du réservoir le plus constant possible.

Généralement, tout système de régulation comporte trois grandeurs essentielles, la consigne, la valeur réglante et la valeur réglée.

La consigne est une valeur fixée à l'avance, vers la quelle la régulation doit amener la grandeur réglée. Le régulateur compare la consigne et la mesure d'une manière continue, et dès qu'il détecte un écart, il produit dans le système une modification appropriée. La grandeur physique subissant cette modification est la grandeur réglante.

Dans ce travail on s'intéresse à maintenir le débit stable à la sortie de la cellule. Pour réaliser cet objectif on essaye de maintenir la pression de l'eau P3 (grandeur réglée) en amont de cette cellule constante grâce à un régulateur de pression R qui joue sur la pression d'azote (P2) (grandeur réglante) avant de rentrer dans le réservoir. Le schéma de l'installation est montré dans la figure 24.

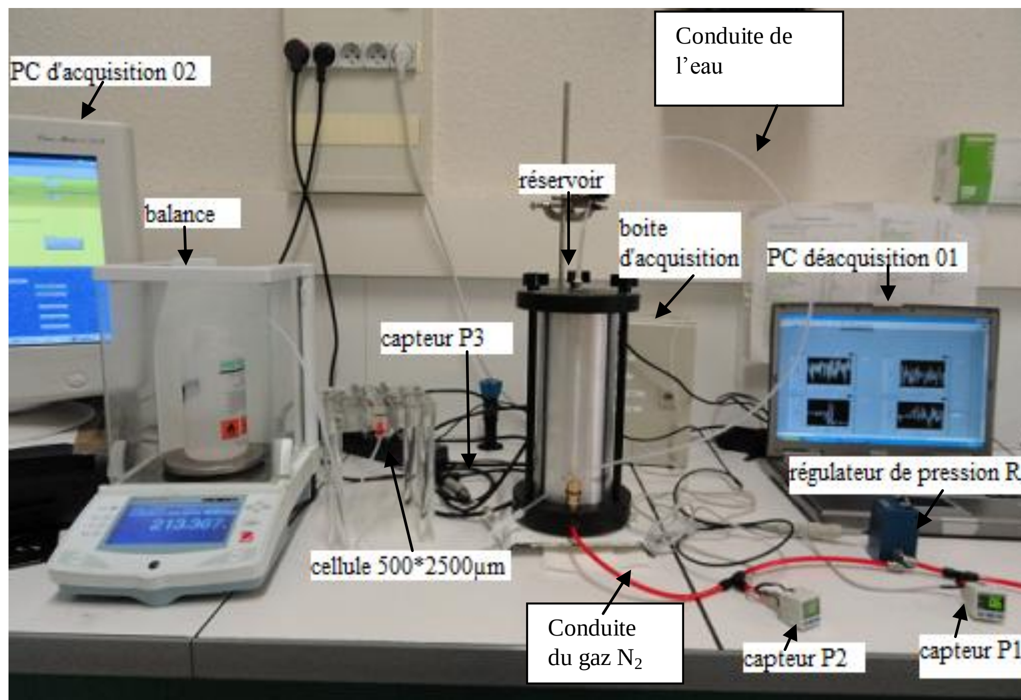


Figure 24 : Photographie descriptive du système d'alimentation pneumatique

II. Description des éléments de l'installation

Les deux capteurs de pression (ISE-30-A, notés P1 et P2 sur la figure 01) sont commercialisés par la société SMC. Ce sont des pressostats à affichage digital permettant à la fois la transmission de signaux électriques relatifs à la pression et l'affichage de la valeur instantanée de la pression. Leur pression maximale admissible est 10 bars. Un capteur est placé avant le régulateur, l'autre est installé en amont du réservoir.

Le régulateur utilisé est un VSO-HP (noté R sur la figure 01) vendu par la compagnie SensorTechnics, c'est un régulateur électronique de pression de type proportionnel qui agit grâce à l'ouverture d'une vanne interne. Il maintient une pression pneumatique constante grâce à un circuit de régulation en boucle fermée. La valeur de pression souhaitée est ajustée par une consigne électrique. Le système mesure de manière continue la valeur effective de la pression à l'endroit souhaité de l'installation, en l'occurrence en amont du microsystème , la compare avec la valeur de la consigne souhaitée et rattrape tout écart. Sa pression d'utilisation est 0-1bar.

Le réservoir est en aluminium et en matière plastique ; sa pression opératoire maximale vaut 4,5 bars. Il est commercialisé par Adhesive Dispensing Limited. Le gaz (N_2) qui rentre par le bas du réservoir force le liquide à sortir du dispositif par un tube.

Un capteur et transmetteur de pression CTE8002 (noté P3sur la figure 01) est installé avant la cellule (microsystème) pour mesurer avec précision la pression de liquide avec laquelle il rentre dans la cellule et qui correspond à un débit donné. Cette mesure est la grandeur réglée par le régulateur. Sa gamme de pression vaut 0-2 bars. Il est commercialisé par SensorTechnics. (voir dans l'annexe le coût de ces éléments tableau A1)

Les données de la boucle de régulation (mesures et consigne) ainsi que la masse du fluide envoyée vers le microsystème en temps réel sont prises en charge respectivement par deux logiciels LABVIEW version8.5 ce qui permet de disposer de fichiers permettant d'étudier la stabilité du débit de liquide à la sortie de la cellule.

Il faut noter que ce système de régulation permet de travailler avec un débit fixe. Il est possible d'augmenter la valeur du débit dans la plage de travail en cours de fonctionnement du dispositif. Il n'est en revanche pas possible de diminuer de manière automatique le débit de la même façon du fait de la pressurisation du réservoir. La dépressurisation doit s'effectuer manuellement en agissant sur une soupape.

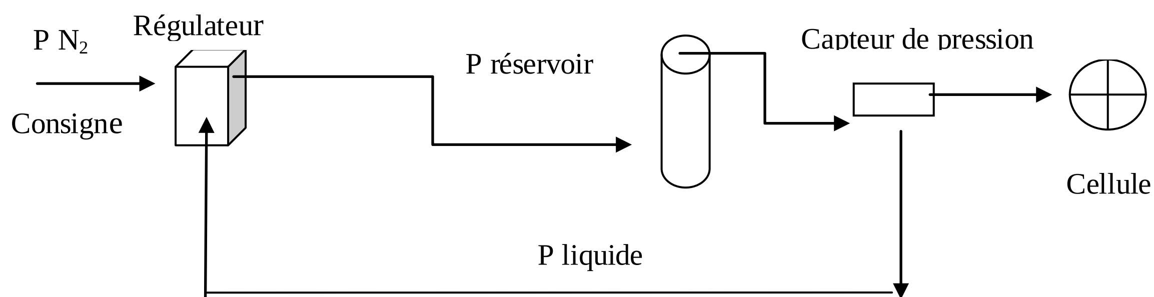


Figure 25 : la boucle de régulation fermée

III. Détermination des débits en fonctions de la consigne électrique introduite

Des expériences sont réalisées pour déterminer le débit qui correspond à chaque consigne (introduite en volt). Ce débit varie avec la section de la cellule et des propriétés des liquides utilisés.

1- Recherche d'une relation entre le débit obtenu et la consigne fixée d'après la courbe caractéristique pour la cellule 500*2500µm :
   a. Cas de l'eau :

La relation entre le débit d'eau (Q_{eau}) à la sortie de la cellule 500*2500µm et la consigne (V) est linéaire (figure26) tant que la pression du gaz admis (la pression est fixée à 1 bar en sortie de bouteille de gaz) est supérieure ou égale à la pression opératoire de régulateur.

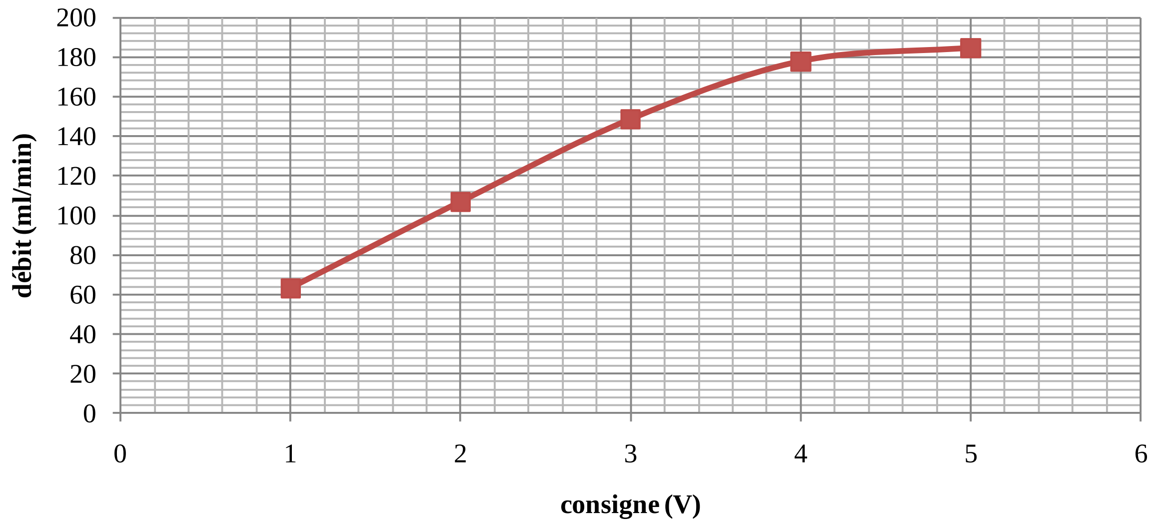


*Figure 26 : Courbe caractéristique des débits en fonction de la consigne pour la cellule 500*2500µm (liquide utilisé eau)*

b. Cas de l'huile :

La relation entre le débit de l'huile (Q_{huile})est la consigne (V) a aussi une tendance linéaire.

$$Q_{Huile\ (ml/min)} = 1{,}344 * Consigne(V) + 0{,}016$$

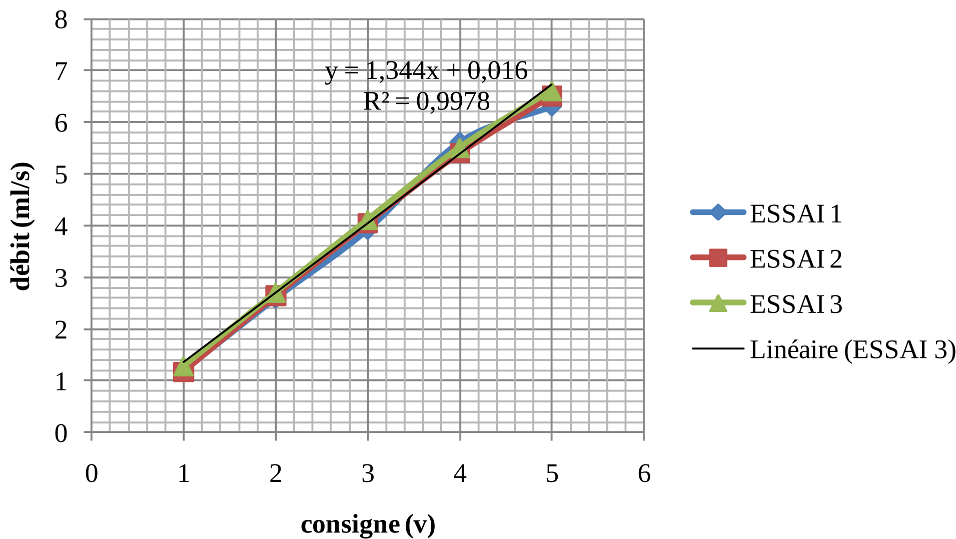


*Figure 27 : courbe caractéristique du débit d'huile (ml/s) en fonction de la consigne (v) avec la cellule 500*2500µm*

Ce système d'alimentation pneumatique donne des taux de fluctuation des débits d'huile proches de ceux donnés par la pompe d'ARMEN. Voir tableaux 10.

Le taux de fluctuation TF est calculé par l'équation suivante :

$$TF_E = \frac{\sqrt{\overline{e^2}}}{\overline{E}}$$

Avec $E(t) = \overline{E} + e(t)$

E(t) est la valeur de l'élément, $\overline{E}$ la moyenne.

*Tableaux 9 : comparaison des taux de fluctuation TF des débits d'huile à la sortie de cellule 500*2500 alimentés par le système pneumatique et la pompe ARMEN.*

Q d'huile ml/min	*1,29*	*2,712*	*4,18*	*5,51*	*6,61*
TF % (système pneumatique)	2,26	0,634	0,477	0,79	0,78
TF % pompe ARMEN		0,79	0,41	0,267	

2. Détermination du débit d'eau en fonction de la consigne pour la cellule 500*500µm :
   a. Débit d'eau en fonction de la consigne :

La pression de gaz à la rentré de régulateur est autour de 1bar.

La relation entre le débit d'eau et la consigne avec la cellule de 500µm*500µm est polynomiale selon l'équation suivante :

$$Q_{Eea(ml/min)} = -1{,}25 * (Consigne(V))^2 + 15{,}405 * Consigne(V) + 0{,}524$$

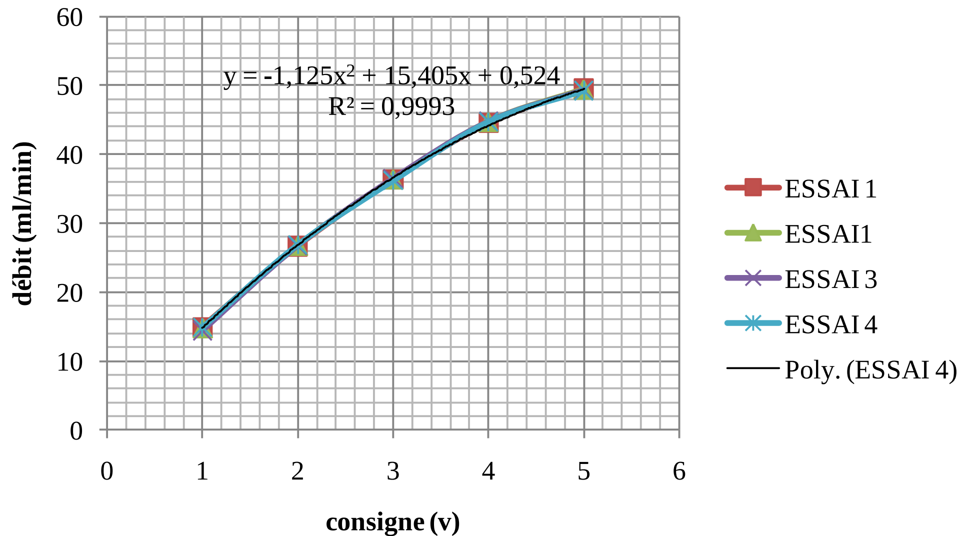


*Figure 28 : débit d'eau en fonction de la consigne alimenté par le système pneumatique à la sortie de la cellule 500*500µm.*

IV. Conclusion

Le but de cette partie du travail était la détermination des performances et des avantages d'utilisation d'un système pneumatique pour alimenter des liquides dans des microsystèmes et de le comparer avec d'autres systèmes d'alimentation comme la pompe à

piston ARMEN qui produisent des fluctuations de débit. Mais comme les débits d'huile comparés sont faibles et que la pompe à piston ne montre des fluctuations qu'à des débits élevés, on n'a pas pu noter de différence significative entre ces deux techniques. De point de vue énergie, le système d'alimentation pneumatique reste le moins consommateur. Son principe de fonctionnement est simple, son installation est très facile.

Références

Anna Lif, Krister Holmerg, Water in diesel emulsion and related systems, Advanced in colloid and interface science, 2006.

Chun-Xia Zhao, Anton P.J. Middelberg, Two-phase microfluidic flows, Chemical Engineering Science, Australia 2010.

Cherng-Yuan Lin, Shiou-An Lin, Effect of emulsification variables on fuel properties of two – and three-phase biodiesel emulsions. July 2006.

Croukes ROY J., Fariborz Kiannejad, Marouan A. A. Nazha, Systemaic assessment of combustion characteristics of biofuels and emulsions with water for use as diesel engine fuels. Elsevier Science 1997.

F. Jahanzad, Gordon Crombie, Robert Innes, Shariar Sajjadi, Catastrophic phase inversion via formation of multiple emulsions: A prerequisite for formation of fine emulsions. Chemical engineering research and design 8 7 (2 0 0 9) 492–498

Galindo Alvarez, etude de l'inversion de phase catastrophique lors de l'émulsification de produits visqueux, institut national polytechnique de Lorraine, 2008

Heike Karbstein a, Helmar Schubert, Developments in the continuous mechanical production of oil-in-water macro-emulsions, Chemical Engineering and Processing 34 (1995) 205-211

Hirotatsu, An Experimental investigation of the breakup characteristics of secondary atomisation of emulsified fuel droplet. Energy 2009.

Kerihuel A, M. Senthil Kumar, J. Belletre, M Tazerout. Ethanol animal fat emulsions as diesel engine fuel – part 1: Formations and influential parameters.

Jean Poré, Emulsion, Micro-émulsion et Emulsion multiple

Nadine Pierat, préparations d'émulsions par inversion de phase induite par agitation, thèse université Henri Poincaré - Nancy 1, 2010

Norbert KOCKMANN, transport phenomena in micro process engineering, 2008

SCHUBERT H and R. ENGEL, PRODUCT AND FORMULATION ENGINEERING OF EMULSIONS, Trans IChemE, Part A, September 2004

Seid Mahdi Jafari, Elham Assadpoora, Yinghe Heb, Bhesh Bhandaric, Re-coalescence of emulsion droplets during high-energy emulsification, Food Hydrocolloids 22 (2008) 1191–1202.

Seid Mahdi Jafari, Yinghe He, Bhesh Bhandari, Production of sub-micron emulsions by ultrasound and microfluidization techniques, Journal of Food Engineering 82 (2007) 478–488

Senthil M Kumar, J Bellettre, M Tazerout, The use of biofuel emulsions as fuel for diesel engine: a review. Power and Energy, may 2009.

T.S.H. Leong, T.J. Wooster, S.E. Kentish, M. Ashokkumar, Minimising oil droplet size using ultrasonic emulsification, Ultrasonics Sonochemistry 16 (2009) 721–727.

Yuh-Fun Maa and Chung C. Hsu, Performance of Sonication and Microfluidization for Liquid-Liquid Emulsion. Pharmaceutical Development and Technology, 4(2), 233-240 (1999)

Zhiong Nie, Developing New Strategies For Preparation of Micro-and Nano-structured Polymer Materials, Universtif of Toronto, 2008.

Annexe A.

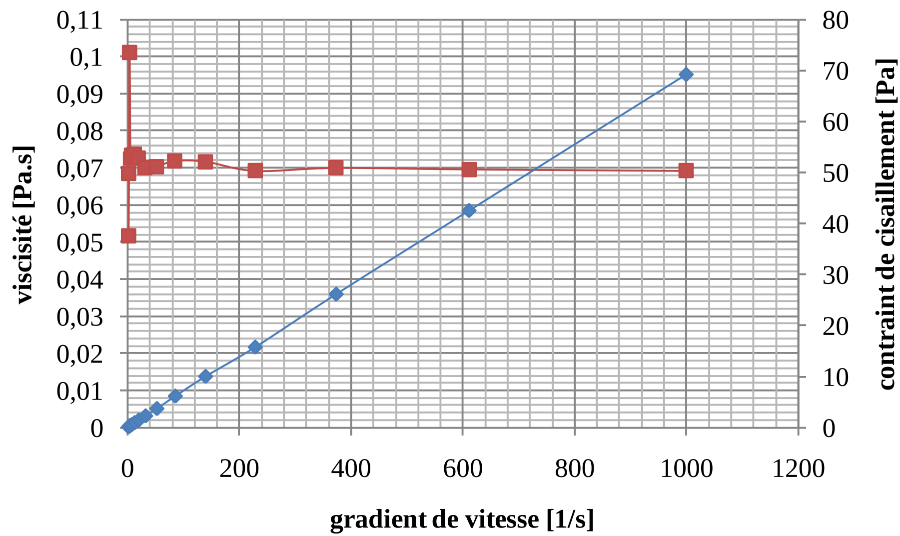


Figure A1 : viscosité de l'huile de tournesol à 5% de surfactif Span 83.

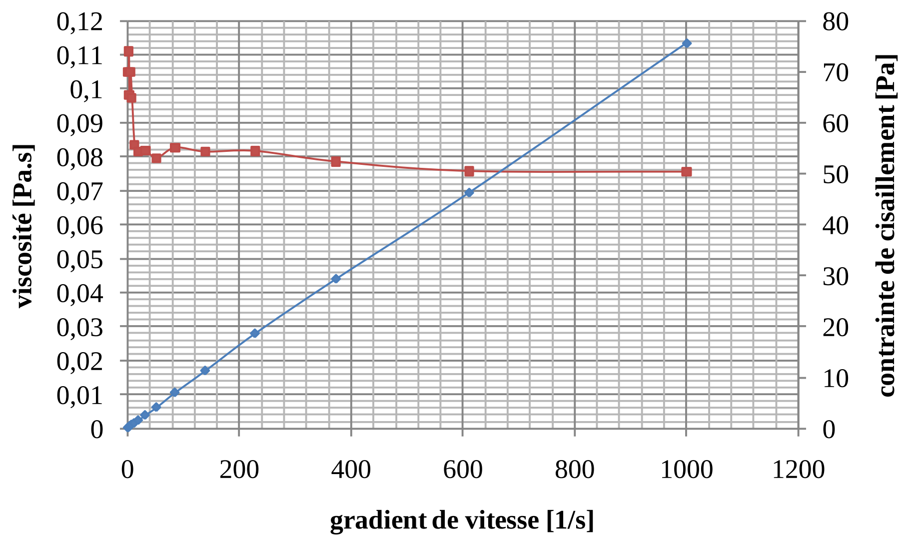


Figure A2 : viscosité de l'huile de tournesol (Lesieur - Cœur de Tournesol) à 10% du surfactif

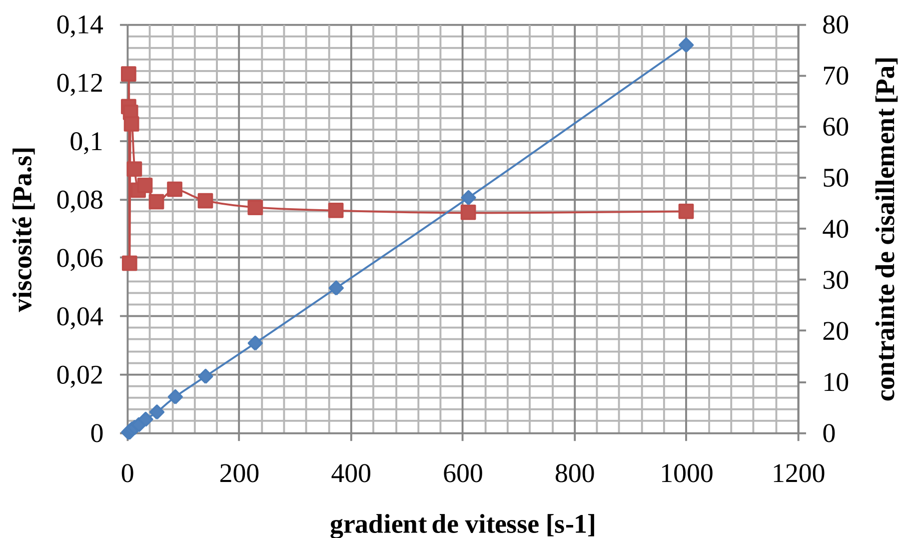


Figure A3 : viscosité d'émulsion à 10% fraction d'eau et 5% concentration de surfactif Span83

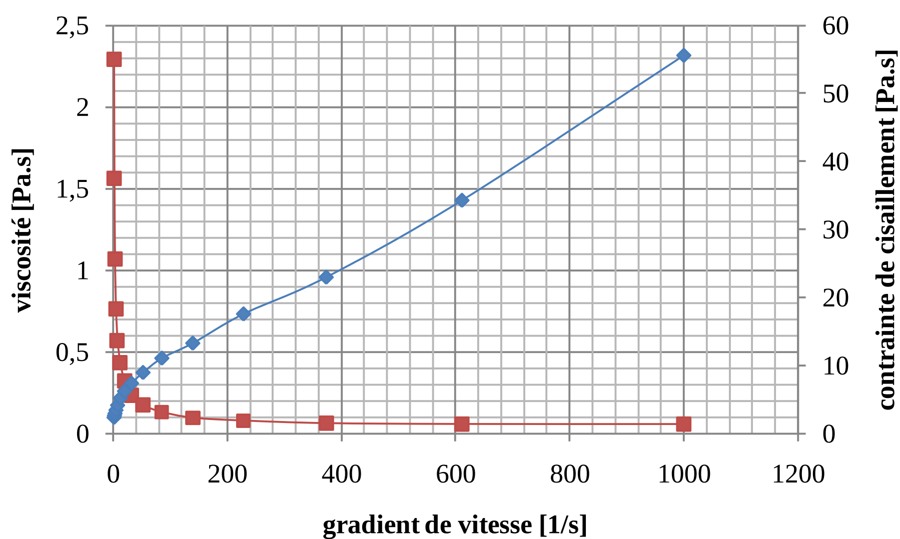


Figure A4 : viscosité d'émulsion à 30% fraction d'eau et 5% concentration de surfactif

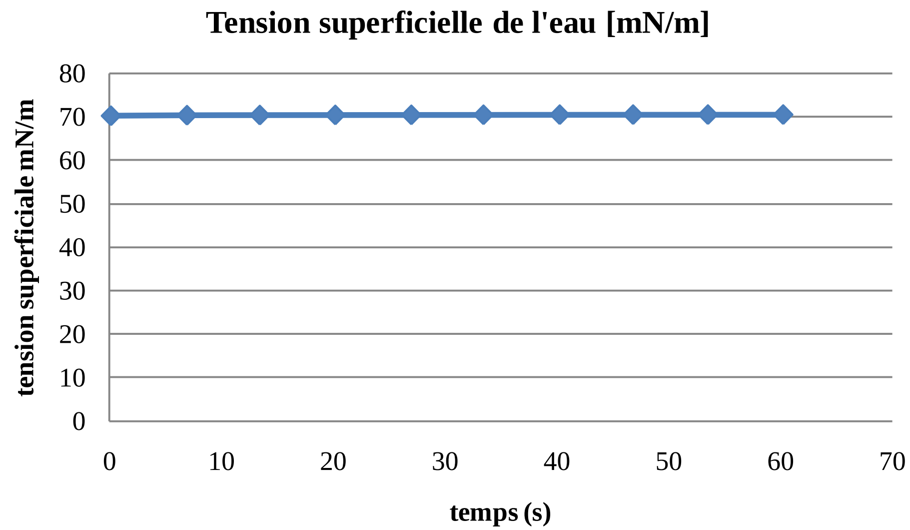


Figure A5 : tension superficielle de l'eau.

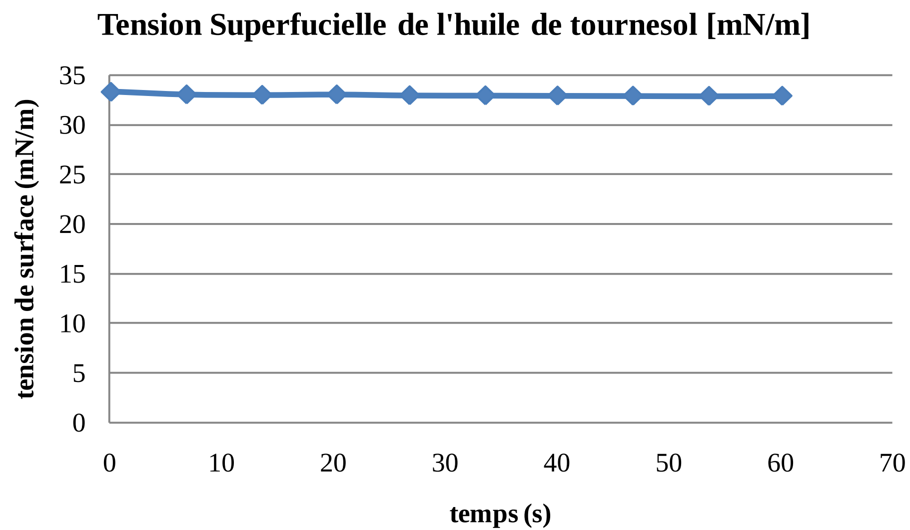


Figure A6 : tension superficielle de l'huile de tournesol (cœur de Cieur)

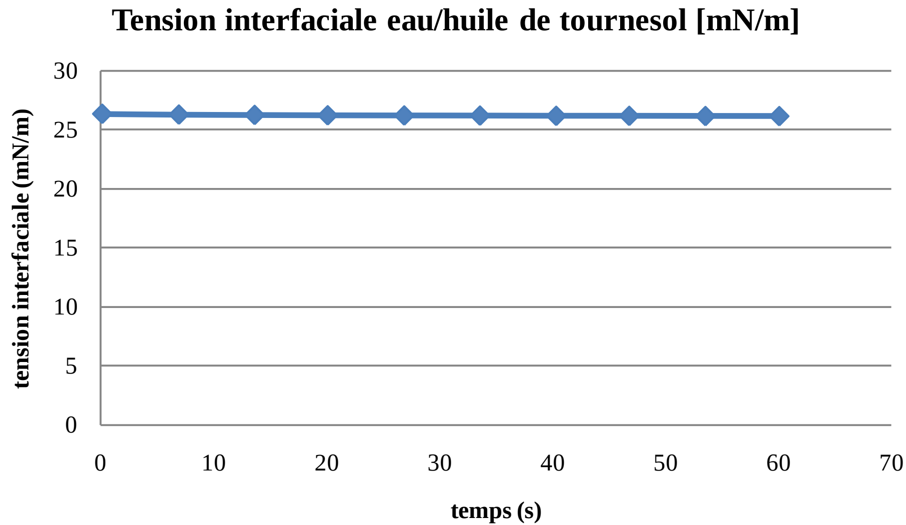


Figure A7 : tension interfaciale de l'eau / huile de tournesol (cœur de Cieur)

<u>*Tableau A1 Coût d'installation du système d'alimentation pneumatique :*</u>

Matériel	Prix (€)
Pressostat digital	104*2 (2 exemplaires)
VSO-HP	545
Réservoir	1 194,83 euros (pour 2 réservoirs)
CTE8002	126
Connectiques	187,11
Armoire d'alimentation+carte	500
Total	2760,94

Quelques émulsions et leurs aspects ou granulométrie :

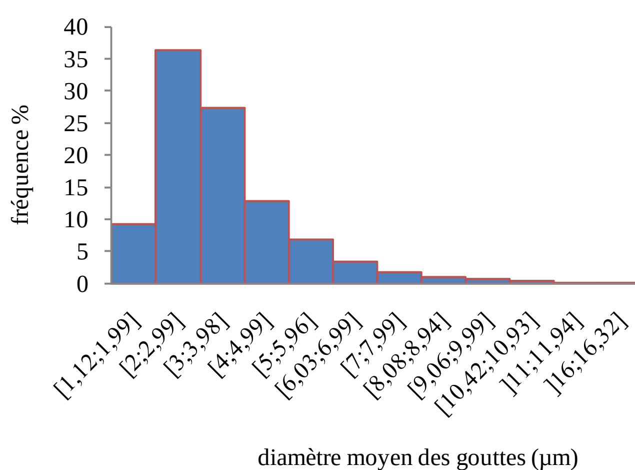




Figure A8 : histogramme des fréquences en fonction des intervalles de taille des gouttes d'eau dans une émulsion à fraction de 13,5%, QH/QE = 6,4, Dm = 3,50 µm, Configuration B

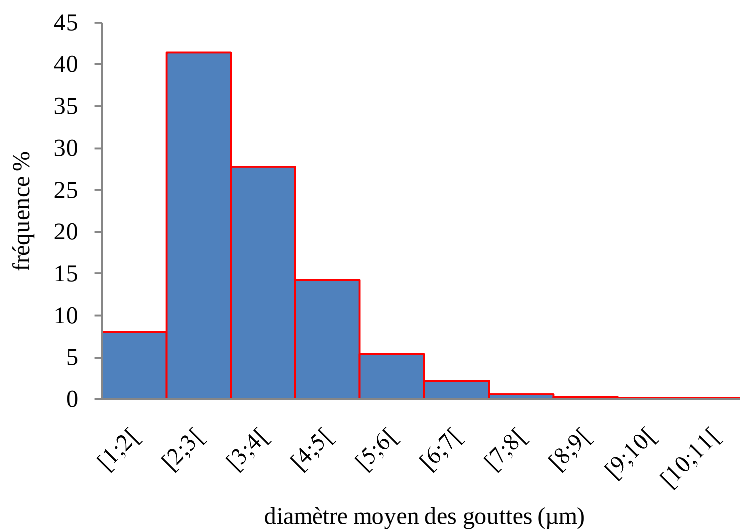




Figure A°9 : histogramme des fréquences en fonction des intervalles de taille des gouttes d'eau dans une émulsion à fraction de 13,72%, QH/QE = 6,288, Dm = 3,285 µm, Configuration B

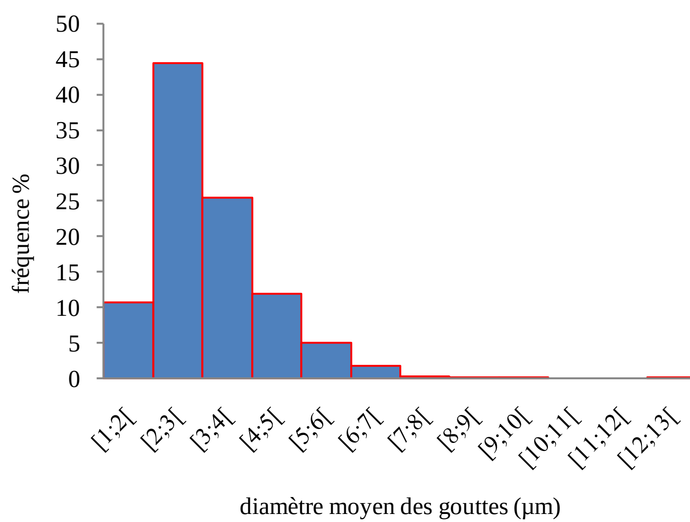




Figure A°10 : histogramme des fréquences en fonction des intervalles de taille des gouttes dans une émulsion à fraction de l'eau de 14,36%, QH/QE = 5,961, Dm = 3,138µm, configuration B

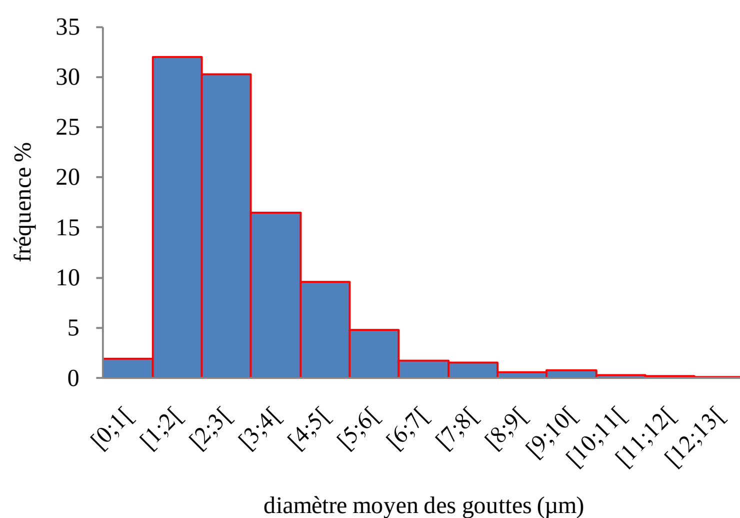




Figure A11 histogramme des fréquences en fonction des intervalles de taille des gouttes dans une émulsion à fraction d'eau égal 5% de configuration A

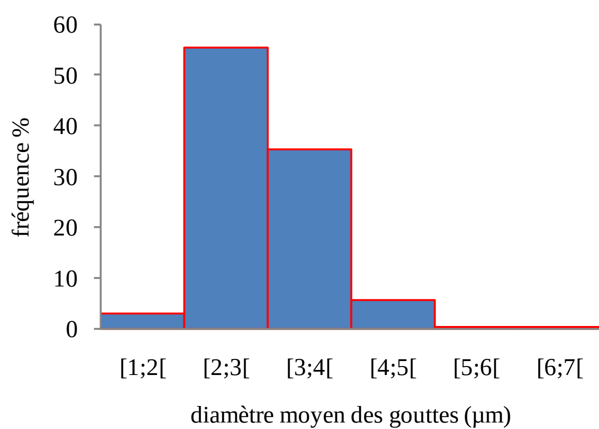
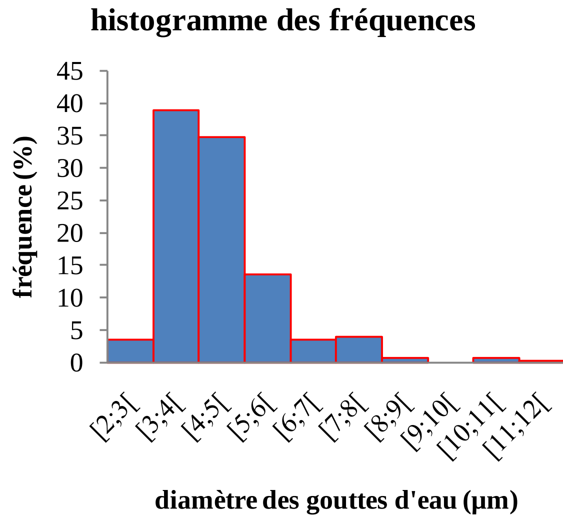




Figure A12 : histogrammes des fréquences en fonction des intervalles de taille des gouttes dans une émulsion À fraction de l'eau de 6,11%, configuration A,





FigureA13 histogramme des fréquences en fonction des intervalles de taille des gouttes dans une émulsion à fraction de l'eau de 11,81%, configuration A

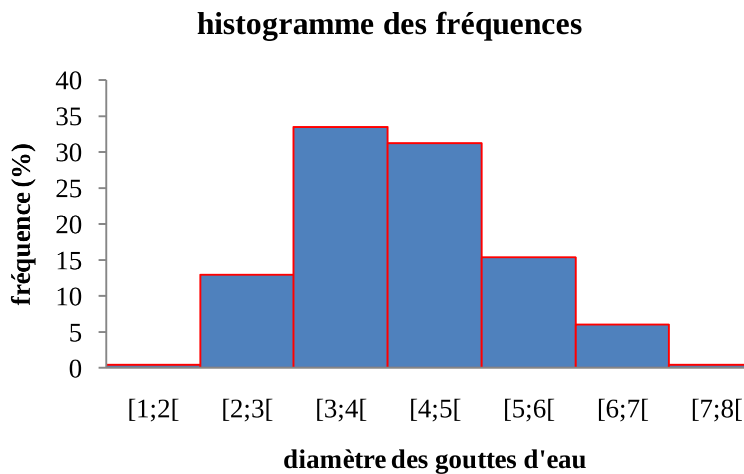




Figure A14 histogramme des fréquences en fonction des intervalles de taille des gouttes dans une émulsion à fraction d'eau de 14,33%,contenant le rouge de cérol dans la phase continue, configuration A

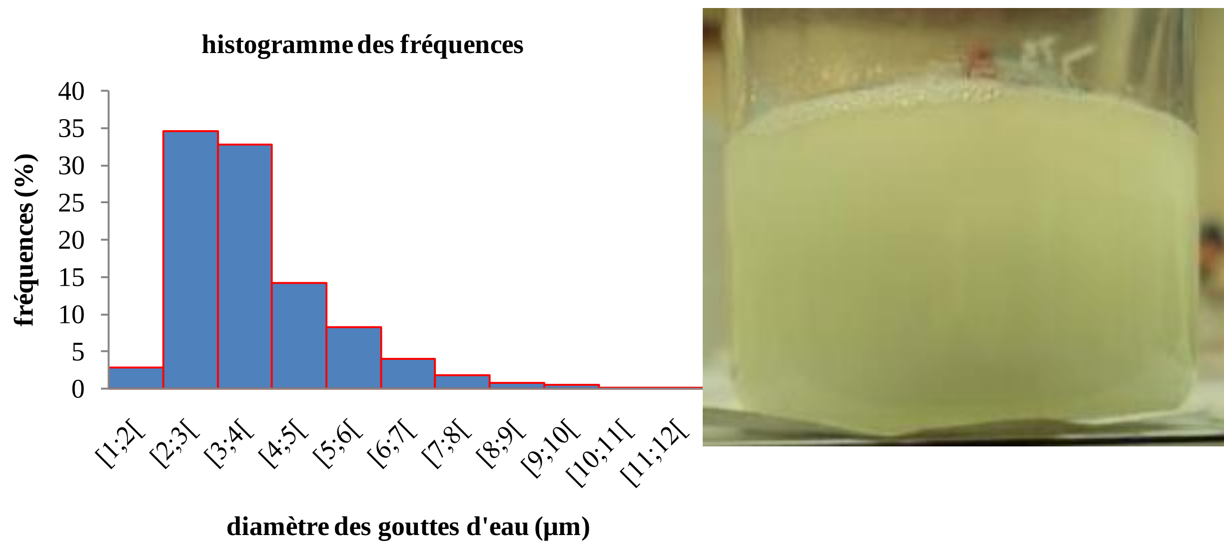


Figure A15 histogramme des fréquences en fonction des intervalles de taille des gouttes dans une émulsion à fraction de l'eau de 5,46%, concentration du surfactif 5%, configuration A

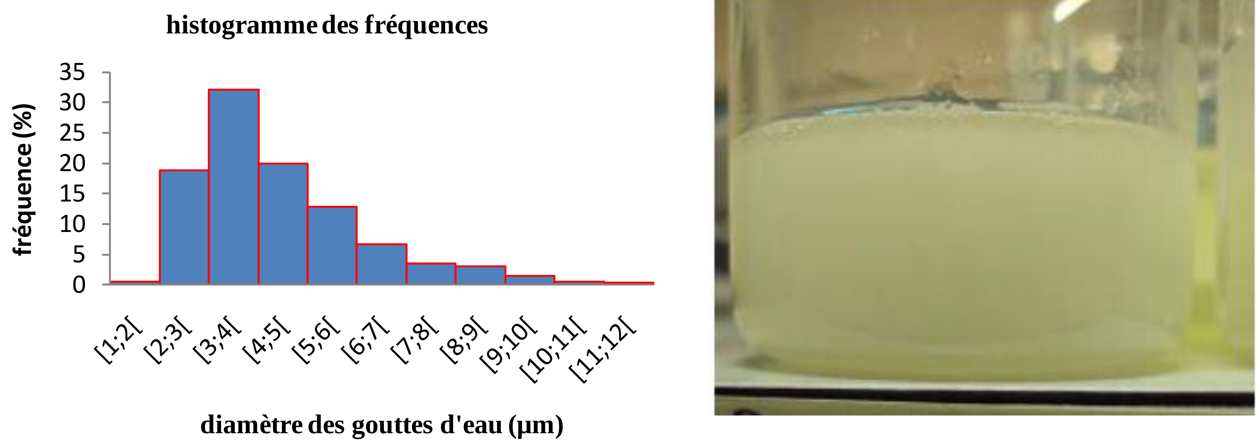
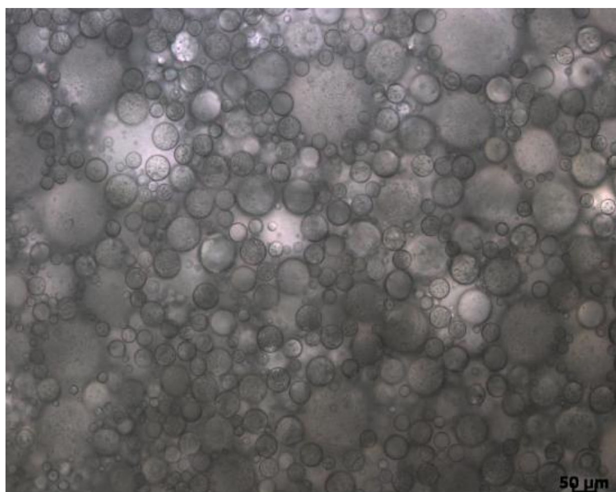


Figure A16 : histogramme des fréquences en fonction des intervalles de taille des gouttes dans une émulsion à fraction de l'eau de 6,72%, concentration du surfactif 5%, configuration A



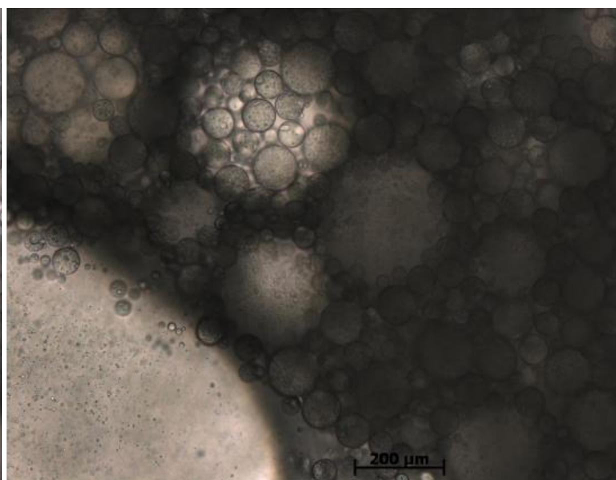
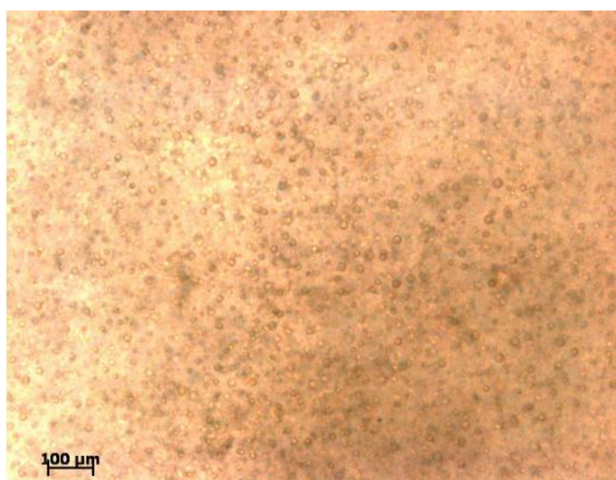
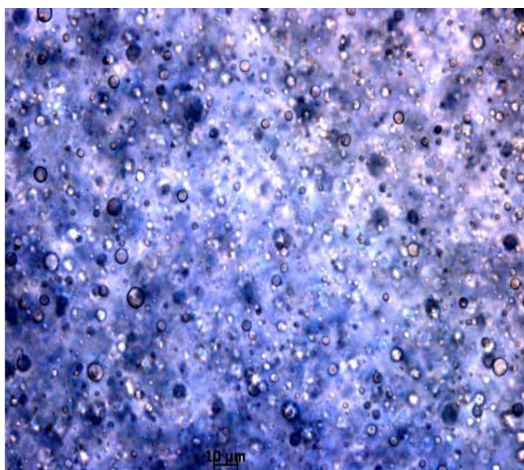


*Figure A17 : début d'inversion de phase à 18,81%, à des conditions opératoires de 7,786 ml/min de l'huile, 1,8 ml/min eau et 10% de surfactant. (cellule 500*500µm) la barre d'échelle indique le grossissement, l'objectif utilisé est 20×.*





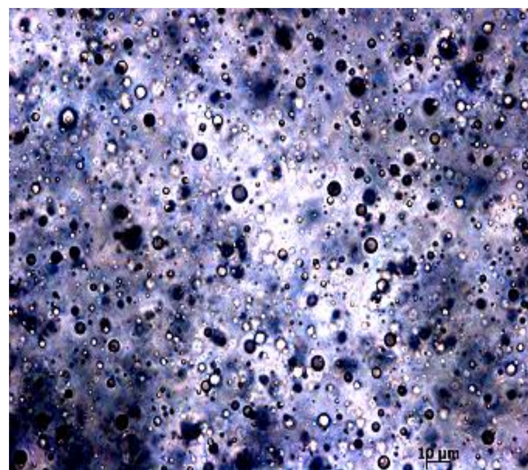
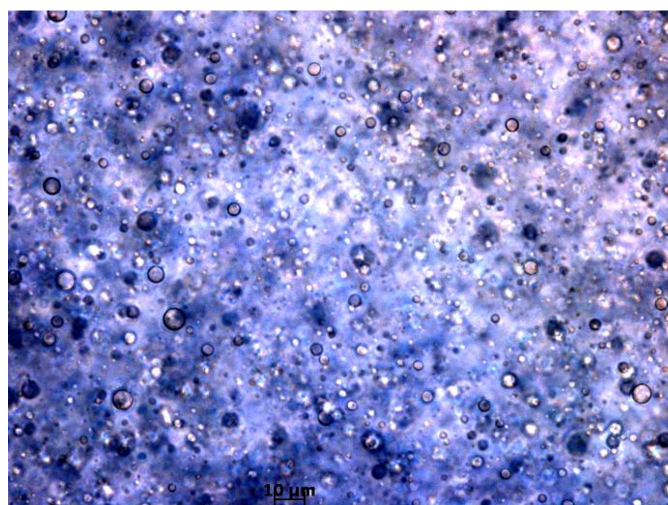


Figure A18 :a) émulsion à 6% d'eau 5% Span83   *b) Emulsion à 10% d'eau et 5%Span83*



c*) Emulsion à 15% d'eau et 5% Span 83*

Annexe B.

*Caractérisation des émulsions de type eau dans huile produites dans la cellule 500*500µm avec la configuration A (différentes concentration du surfactif Span83)*

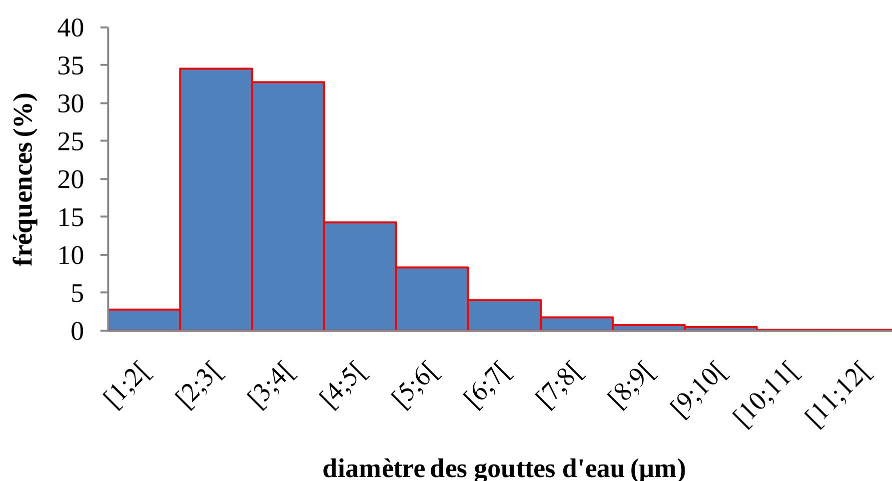


Figure B1 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 5,46%,débit d'huile égal 15,141ml/min, débit d'eau égal 0,874ml/min. diamètre moyen Dm égal 3,67µm, Ecartype égal 0,476 et Coefficient de variation CV égal 12,968%. concentration du surfactif Span83 égal 1% massique de la phase continue.

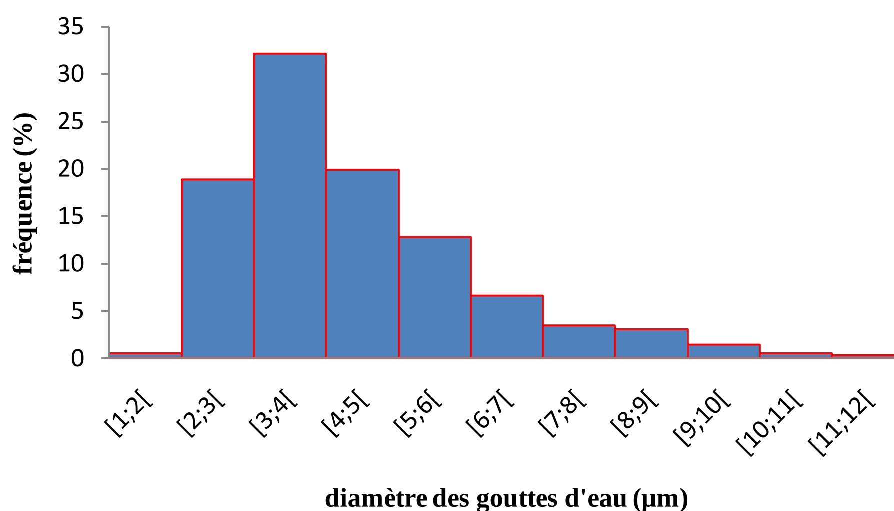


Figure B2 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 6,72%,débit d'huile égal 14,450ml/min, débit d'eau égal 1,041ml/min. diamètre moyen Dm égal 4,4µm, Ecartype égal 0,589 et Coefficient de variation CV égal 13,363%. concentration du surfactif Span83 égal 1% massique de la phase continue.

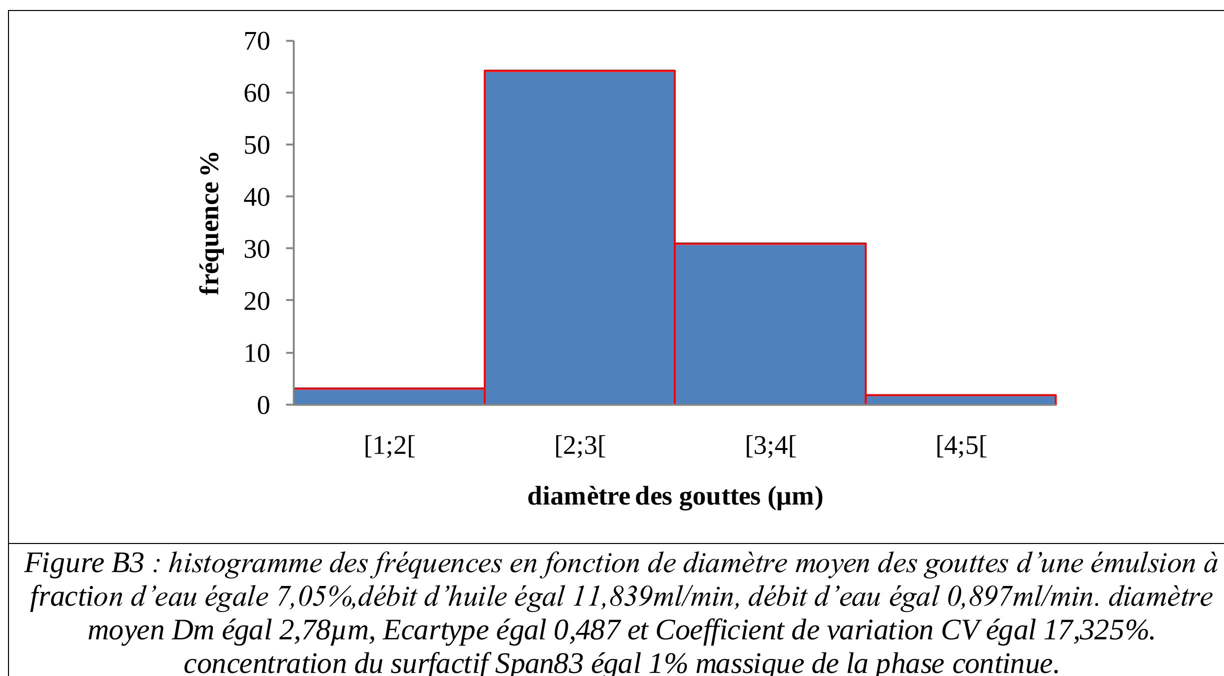


Figure B3 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 7,05%,débit d'huile égal 11,839ml/min, débit d'eau égal 0,897ml/min. diamètre moyen Dm égal 2,78µm, Ecartype égal 0,487 et Coefficient de variation CV égal 17,325%. concentration du surfactif Span83 égal 1% massique de la phase continue.

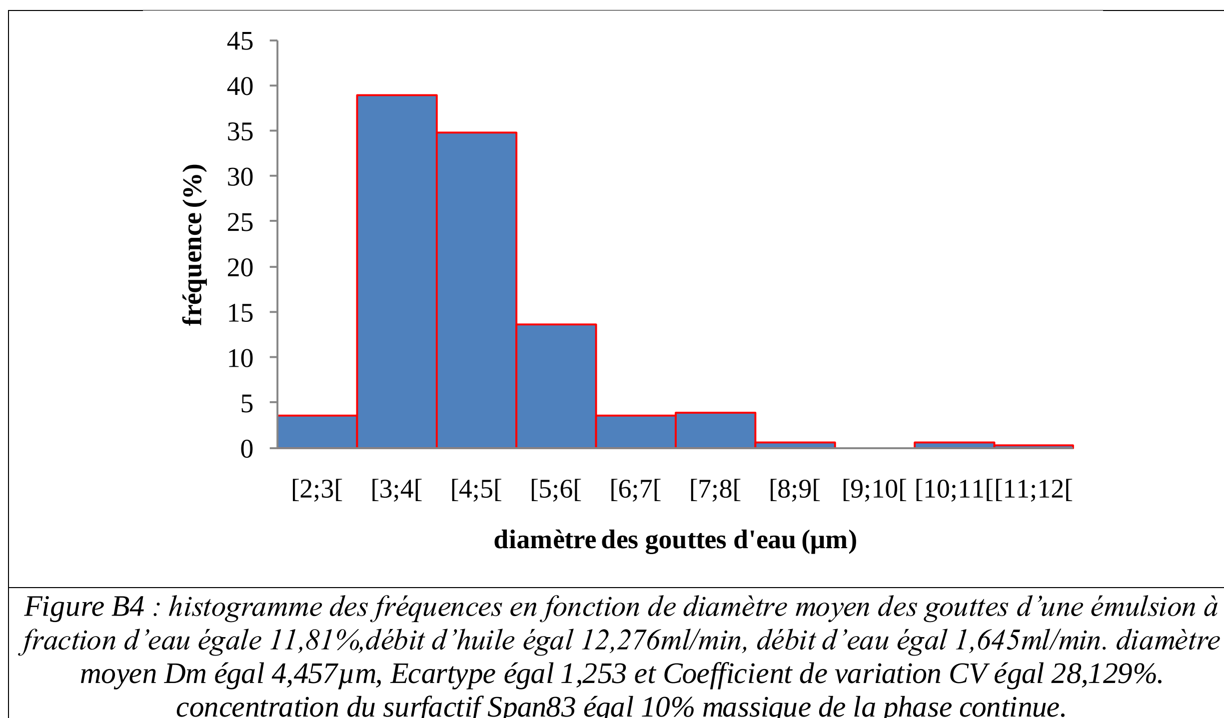


Figure B4 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 11,81%,débit d'huile égal 12,276ml/min, débit d'eau égal 1,645ml/min. diamètre moyen Dm égal 4,457µm, Ecartype égal 1,253 et Coefficient de variation CV égal 28,129%. concentration du surfactif Span83 égal 10% massique de la phase continue.

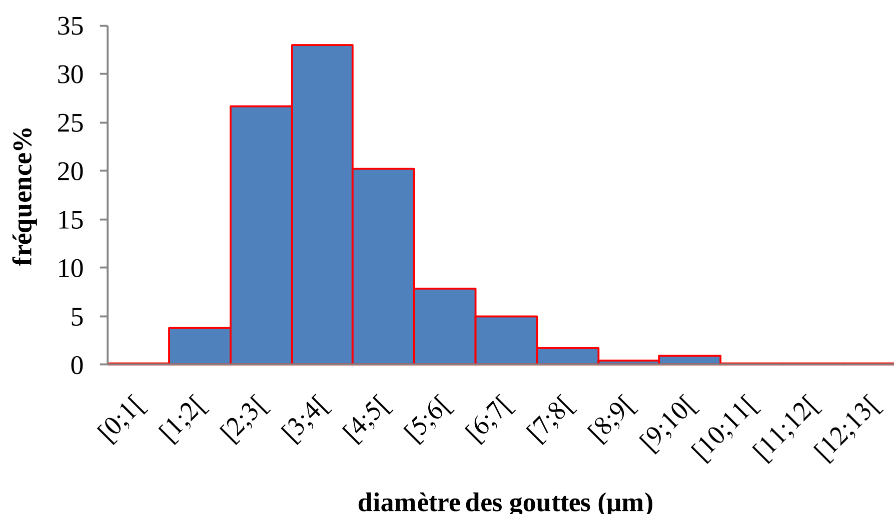


Figure B5 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 3,116%,débit d'huile égal 54,54ml/min, débit d'eau égal 1,754ml/min. diamètre moyen Dm égal 3,830µm, Ecartype égal 1,464 et Coefficient de variation CV égal 38,2206%. concentration du surfactif Span83 égal 5% massique de la phase continue.

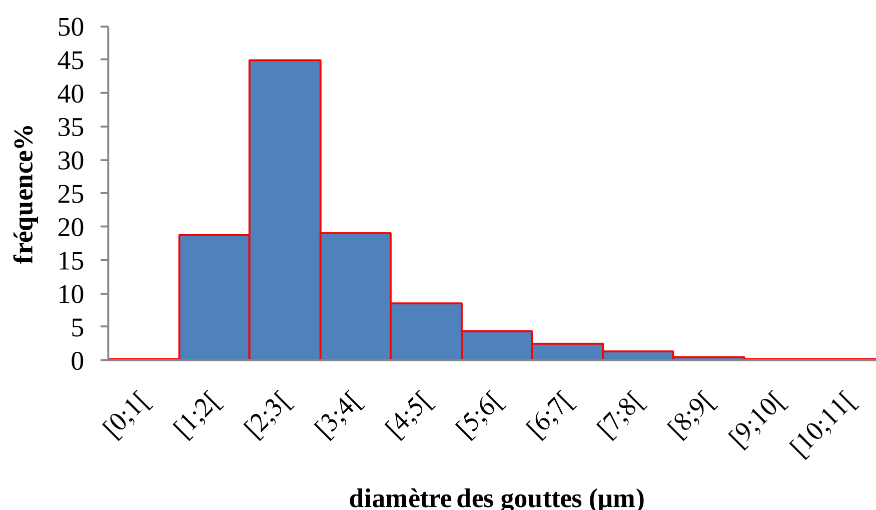


Figure B6 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 5,11%,débit d'huile égal 41,432ml/min, débit d'eau égal 2,231ml/min. diamètre moyen Dm égal 2,978µm, Ecartype égal 1,317 et Coefficient de variation CV égal 44,244%. concentration du surfactif Span83 égal 5% massique de la phase continue

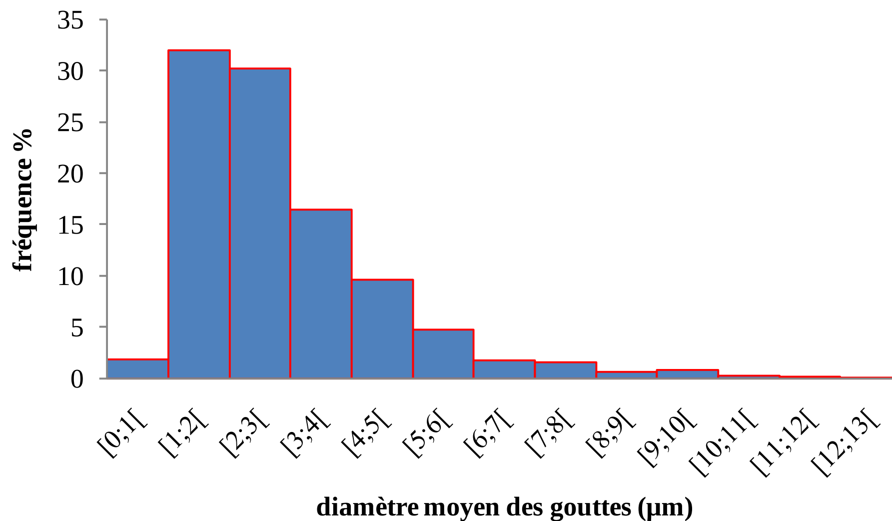


Figure B7 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 5,753%,débit d'huile égal 39,447ml/min, débit d'eau égal 2,408ml/min. diamètre moyen Dm égal 2,919µm, Ecartype égal 1,664 et Coefficient de variation CV égal 57,018%. concentration du surfactif Span83 égal 5% massique de la phase continue

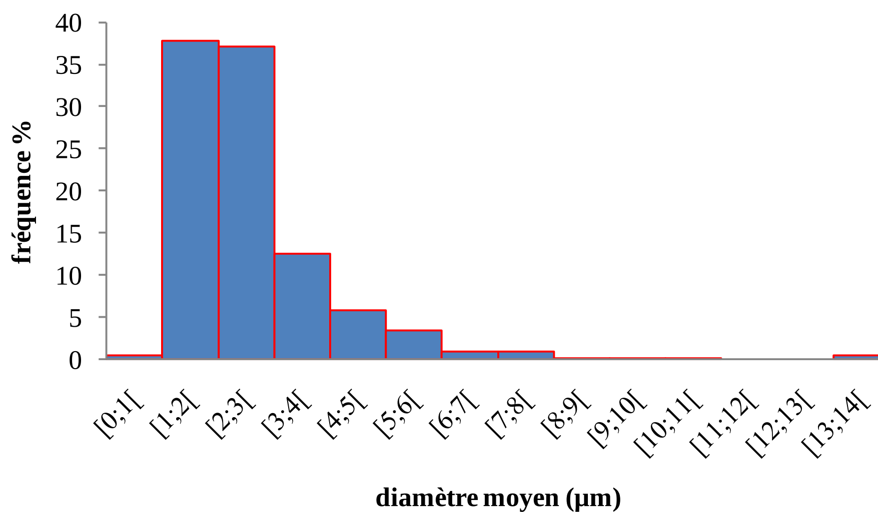


Figure B8 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 5,857%,débit d'huile égal 30,455ml/min, débit d'eau égal 1,895ml/min. diamètre moyen Dm égal 2,63µm, Ecartype égal 1,469 et Coefficient de variation CV égal 55,867%. concentration du surfactif Span83 égal 5% massique de la phase continue.

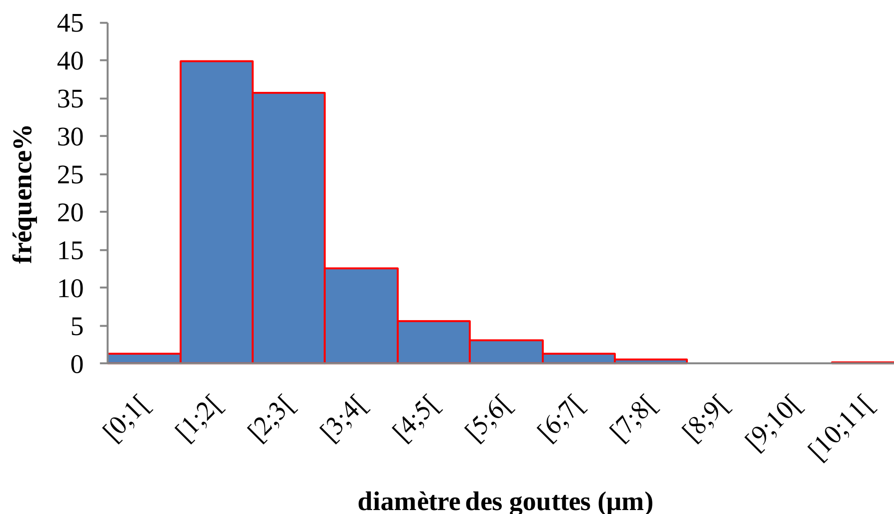


Figure B9 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 17,166%,débit d'huile égal 23,752ml/min, débit d'eau égal 4,905ml/min. diamètre moyen Dm égal 2,503µm, Ecartype égal 1,190 et Coefficient de variation CV égal 47,532%. (concentration du surfactif Span83 égal 5% massique de la phase continue.

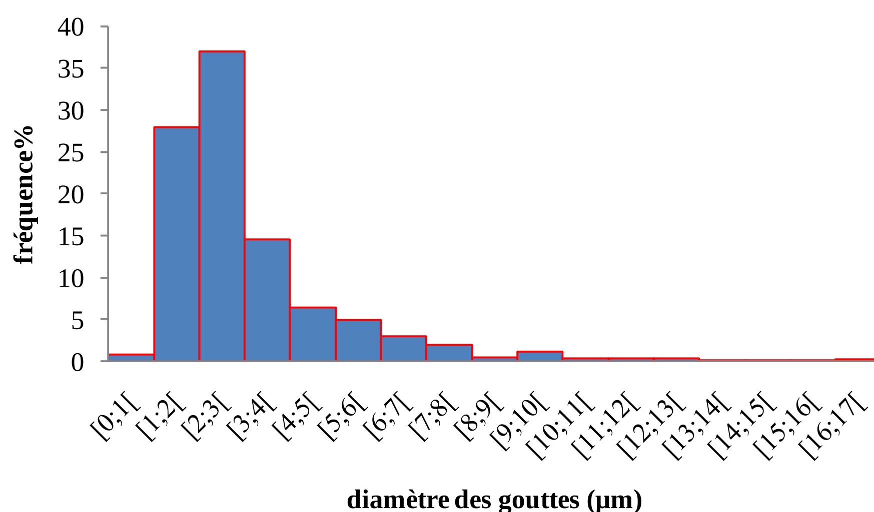


Figure B10 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 17,268%,débit d'huile égal 18,148ml/min, débit d'eau égal 3,788ml/min. diamètre moyen Dm égal 3,169µm, Ecartype égal 2,168 et Coefficient de variation CV égal 68,401%. concentration du surfactif Span83 égal 5% massique de la phase continue.

Annexe C.

Caractérisation des émulsions eau dans l'huile produites dans la cellule de 500*500µm avec la configuration B (concentration du surfactif Span83 égal 5% massique de la phase continue)

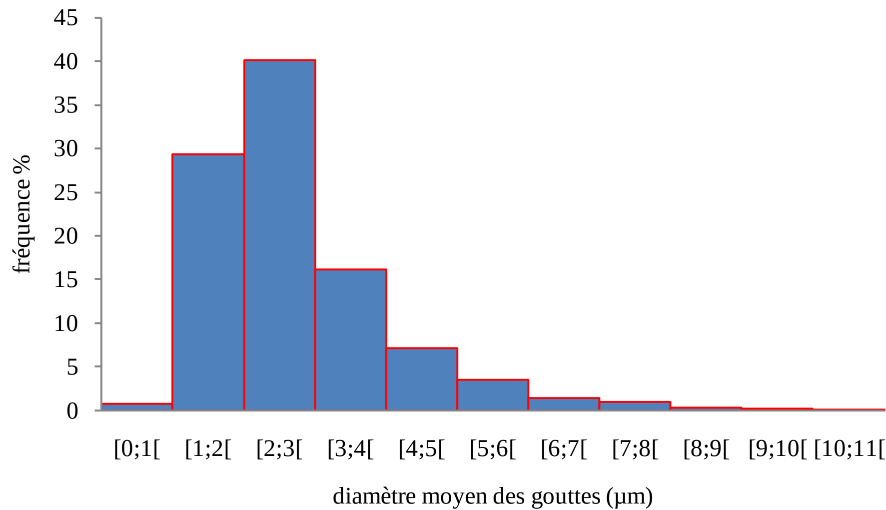


Figure C1 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 3,128%,débit d'huile égal 15,379ml/min, débit d'eau égal 0,496ml/min. diamètre moyen Dm égal 2,754µm, Ecartype 1,297 et Coefficient de variation CV égal 47,097%

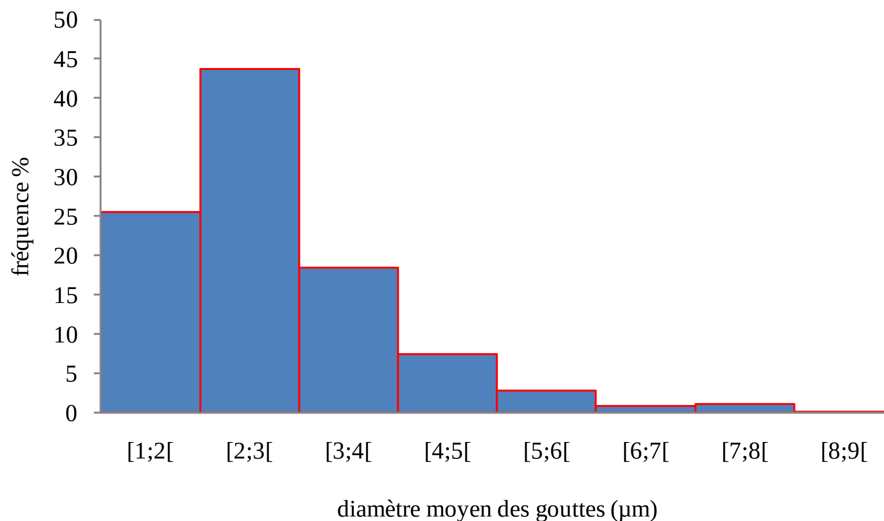


Figure C2 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 4,07%,débit d'huile égal 32,107ml/min, débit d'eau égal 1,362ml/min. diamètre moyen Dm égal 2,762µm, Ecartype égal 1,13 et Coefficient de variation CV égal 40,097%

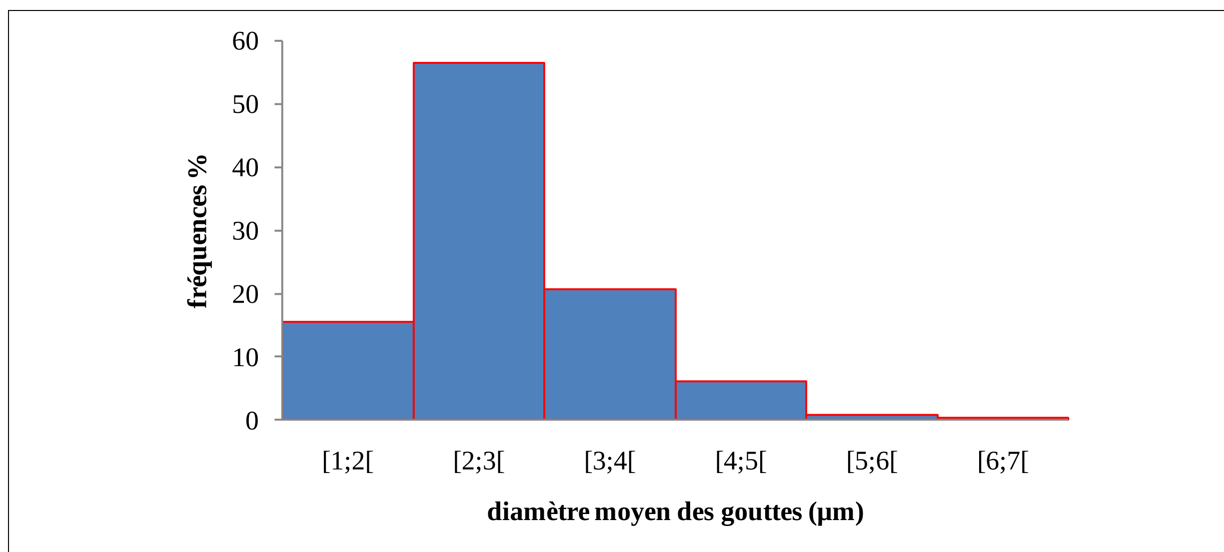


Figure C3 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 8,527%,débit d'huile égal 15,083ml/min, débit d'eau égal 1,406ml/min. diamètre moyen Dm égal 2,711µm, Ecartype égal 0,765 et Coefficient de variation CV égal 28,084%

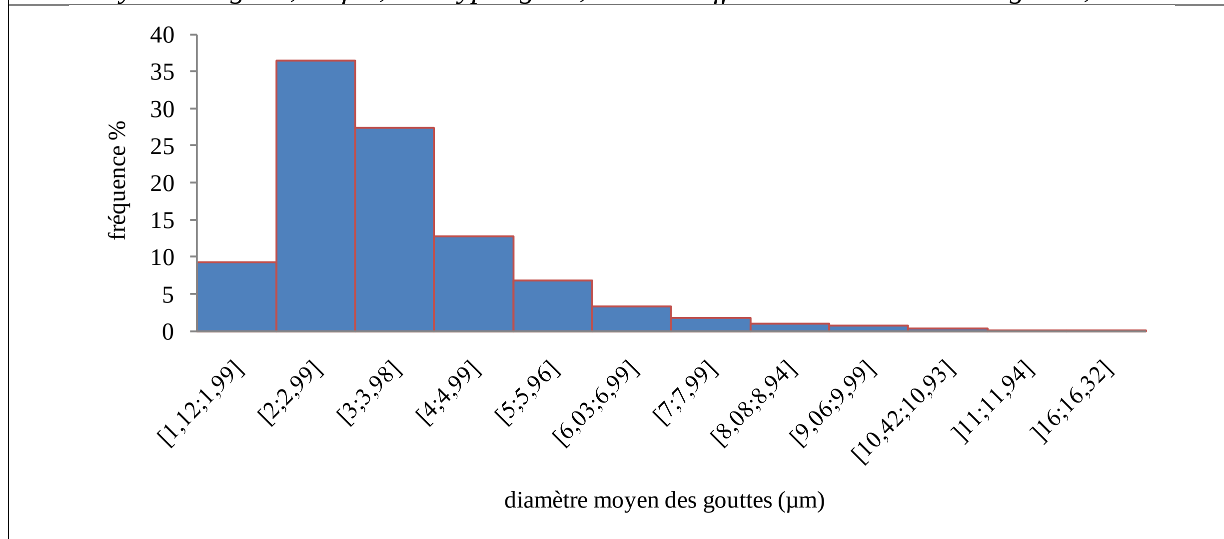


Figure C4 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 13,496%,débit d'huile égal 17,416ml/min, débit d'eau égal 2,717ml/min. diamètre moyen Dm égal 3,504µm, Ecartype égale 1,596 et Coefficient de variation CV égal 45,548%

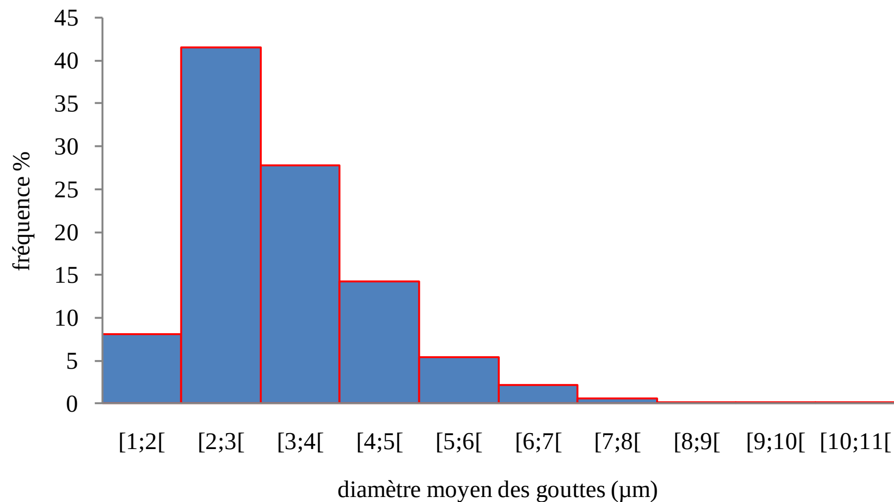


Figure C5 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 13,7205%,débit d'huile égal 22,462ml/min, débit d'eau égal 3,572ml/min. diamètre moyen Dm égal 3,285µm, Ecartype égale 1,178 et Coefficient de variation CV égal 35,872%

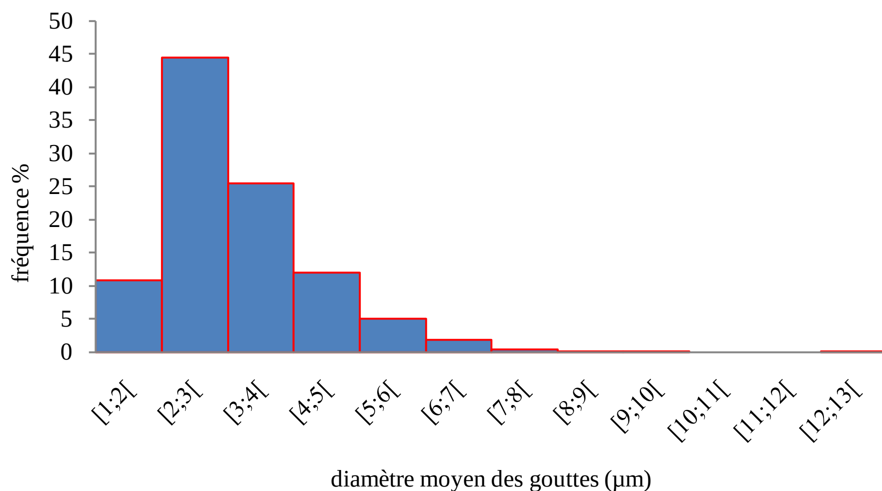


Figure C6 : histogramme des fréquences en fonction de diamètre moyen des gouttes d'une émulsion à fraction d'eau égale 14,364%,débit d'huile égal 13,155ml/min, débit d'eau égal 2,206ml/min. diamètre moyen Dm égal 3,138µm, Ecartype égal 1,165 et Coefficient de variation CV égal 37,127%

Annexe D
Taux de Fluctuation des Débits (pompes AREMEN)
Configuration A

Débit d'huile ml/min	TF h%	Débit d'eau ml/mi,	TF e %
7.856	18.26	2.845	
8.313	110.901	5.47	12.063
10.51	21.853	5.953	3.779
11.738	6.181	3.002	5.025
13.155	17.028	2.206	12.022
15.379	9.156	0.76	51.31
18.148	5.566	3.788	9.075
19.782	42.667	2.99	13.015
21.942	18.20	1.45	60.41
23.752	15.641	4.905	2.55
29.298	44.43	3.806	20.22
30.455	33.96	1.895	36.15
32.107	35.201	1.362	
34.07	19.28	2.27	
39.44	40.84	2.408	21.186
41.43	35.53	2.23	12.365
43.06	18.65	1.536	17.704
54.54	48.43	1.754	46.919

Configuration B

Débit d'huile ml /min	TF h %	Débit d'eau ml /min	TF e %
7.72	2.798	2.257	37.75
10.772	7.122	5.2	7.899
10.988	10.437	3.208	38.830
13.155	17.028	2.206	12.022
13.478	6.377	4.933	13.969
13.812	3.160	6.376	5.032
15.0833	41.86	1.406	61.866
15.397	9.156	0.496	98.65
17.416	18.691	2.717	15.417
22.462	13.071	3.572	18.612
23.479	15.009	3.052	35.845
29.298	44.44	1.632	34.433
32.107	35.20	1.362	14.814
48.262	30.28	2.63	38.467

Résumé

La formation des émulsions est une application cruciale qui intéresse de nombreux domaines industriels. Notamment, l'émulsification d'une fraction d'eau dans les biocarburants, afin d'améliorer la combustion et de diminuer l'émission des gaz nocifs. Ce travail rapporte un microsystème capable de former des émulsions de type eau dans l'huile dont la taille moyenne des gouttes est de l'ordre de 1µm à 10µm. Ce microsystème comporte deux microcanaux croisés avec un angle droit capable de traiter des débits totaux de 10ml/min à 40ml/min, et un rapport de débit de phase continue sur le débit de la phase dispersée variant de 5 à 30. Une étude sur l'influence de configuration d'écoulement des deux phases continue et dispersée et de concentration du surfactif sur la taille des gouttes a été réalisée. La configuration où les deux phases s'écoulent sur le même axe mais en sens inverses (configuration B) produit des émulsions ayant une taille moyenne de gouttes plus petite que celles formées avec l'autre configuration où la phase continue s'écoule perpendiculairement à la phase dispersée (configuration A). Par contre une augmentation de concentration de surfactif de 5% à 10% n'a aucune influence sur le diamètre moyen des gouttes. Les dimensions et la forme de la section des microcanaux ont une importance sur la faisabilité de générer des gouttes d'eau. Des microcanaux de section rectangulaire et de dimension 500*2500µm ont montré une difficulté pour produire des émulsions de l'eau dans l'huile.

Abstract

The formation of emulsions is a critical application that interests many industrial fields. Notably, the emulsification of water in biofioul, to improve combustion and reduce emission of harmful gases. This study reports a microsystem able to produce water in oil emulsions whose average size droplets is about 1 to 10µm. This microsystem consists of two crossed microchannels with a right angle can handle high throughput from10mL/min to 40ml/min, and a flow rates ratio of continuous phase on the dispersed phase ranges from 5 to 30. A study on the influence of flow pattern of both continuous and dispersed phases and the surfactant concentration on droplet size was achieved. The configuration where the two phases flow on the same axis but in two opposite direction (configuration B) produces emulsions with droplet size smaller than the other configuration where the continuous phase flows perpendicular to the dispersed phase (configuration A). On the other side an increase in surfactant concentration from 5% to 10% has no influence on the mean diameter of the drops. The size and shape of the section of the microchannels are of importance to the feasibility of generating water droplets. Microchannels of rectangular cross section and dimension 500 * 2500µm showed difficulty to produce emulsions water in oil.

ملخص

مكرومفاعلات ذو الشكل صليب استخدمت لتوليد مستحلبات الماء في الزيت بنسبة 5 ٪ إلى 15 ٪. حجم القطيرات الماء المتحصل عليها يتراوح بين 1 إلى 10مكرون. حجم هذه القطيرات يعتمد بقوة على حجم التدفق المستمرللزيت و نسبة التدفق الزيت على الماء, كلما ازدادت هذه النسبة, ينقص الحجم. لقد أثبتت دراسات زيادة كمية سبان83 من 5% الى 10% ليس لها تأثيرعلى حجم القطيرات. بينما نمط التدفق له تاثير كبير. لكن القناة ذات الأبعاد 500*2500 مكرون أثبتت صعوبة في انتاج المستحلبات, رغم قلة فقدان الضغط فيها على خلاف القناة ذات الابعاد 500*500 مكرون.